

TESIS - SF 142502

KARAKTERISASI KERAMIK NANO ZIRKON DENGAN PENAMBAHAN B₂O₃

Fikriyatul Azizah Suud 01111650012006

DOSEN PEMBIMBING Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

PROGRAM MAGISTER BIDANG KEAHLIAN MATERIAL DEPARTEMEN FISIKA FAKULTAS ILMU ALAM INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER SURABAYA 2018



TESIS - SF 142502

KARAKTERISASI KERAMIK NANO ZIRKON DENGAN PENAMBAHAN B₂O₃

Fikriyatul Azizah Su'ud 01111650012006

DOSEN PEMBIMBING Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

PROGRAM MAGISTER BIDANG KEAHLIAN MATERIAL DEPARTEMEN FISIKA FAKULTAS ILMU ALAM INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER SURABAYA 2018



THESIS - SF 142502

CHARACTERISATION OF CERAMIC NANO ZIRKON WITH $\mathsf{B}_2\mathsf{O}_3$ ADDITION

Fikriyatul Azizah Su'ud 01111650012006

SUPERVISOR Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

MAGISTER PROGRAMME MATERIAL PHYSICS DEPARTMENT OF PHYSICS FACULTY OF NATURAL SCIENCES INSTITUTE OF TECHNOLOGY SEPULUH NOPEMBER SURABAYA 2018

KARAKTERISASI KERAMIK NANO ZIRKON DENGAN PENAMBAHAN B₂O₃

Nama: Fikriyatul Azizah Su'udNRP: 1116 201 206Departemen: Fisika FIA-ITSPembimbing: Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

ABSTRAK

Sintesis keramik nano zirkon berbasis pasir puya dengan penambahan B₂O₃ telah dilakukan dengan tujuan untuk membuat keramik nano zirkon dan mempelajari karakteristik fisik dan fasanya. Pada penelitian ini, serbuk nano zirkon (ZrSiO₄) disintesis dari pasir Zirkon, Kereng Pangi, Kalimantan Tengah. Keramik nano zirkon disintesis dengan metode solid state reaction dengan variasi prosentase penambahan B₂O₃ berturut-turut adalah 0 %wt, 3 %wt, 6 %wt dan 9 %wt. Proses sintering dilakukan dengan menggunakan dua metode yaitu sintering konvensional dan APS (Arc Plasma Sintering). Sifat fisik keramik yang dikarakterisasi meliputi kekerasan, porositas dan densitas bulk. Komposisi fasafasa yang ada di dalam keramik akan dievaluasi dengan menganalisis data difraksi sinar-X (XRD). Lebih lanjut, analisis mikrografi dilakukan dengan Scanning Electron Microscopy (SEM). Secara umum, fasa-fasa yang terbentuk pada keramik nano-zirkon adalah fasa tunggal zirkon untuk keramik dengan teknik sinter konvensional, akan tetapi muncul fasa sekunder yaitu zirkonia monoklinik pada keramik dengan teknik APS yaitu pada sampel 0A1 dan 0A2. Hal tersebut diindikasikan terjadinya dekomposisi keramik nano-zirkon. Disisi lain, penambahan B₂O₃ dapat menaikkan kekerasan keramik baik itu yang disinter dengan teknik konvensional maupun dengan teknik APS. Sinter dengan teknik APS mampu menghasilkan densitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan teknik kovensional yaitu mencapai 92,95% pada sampel 6A1. Lebih lanjut, analisis mikrografi menghasilkan bahwa keramik yang teknik sinter konvensional memiliki ukuran butir yang jauh lebih besar dari keramik yang disinter dengan teknik APS. Disamping itu, terdapat perbedaan kerapatan pada sisi sampel APS yang terkena langsung pancaran plasma, dimana kerapatan yang lebih tinggi pada sisi keramik yang terpapar langsung dengan plasma.

Kata kunci: keramik nano-zirkon, boron oxide, sinter konvensional, sinter APS

CHARACTERIZATION OF NANO ZIRCON CERAMICS WITH B₂O₃ ADDITION

Name: Fikriyatul Azizah Su'udNRP: 1116 201 206Department: Fisika FIA-ITSSupervisor: Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

ABSTRACT

Nanozircon ceramics based on natural puya sand with the addition of B_2O_3 has been successfully synthesized to study its physical and phase characteristics. In this study, zircon nano powder (ZrSiO4) was synthesized from Zircon sand, Kereng Pangi, Central Kalimantan. Nanozircon ceramics were prepared by *solid* state reaction route with variation of B_2O_3 addition are 3% wt, 6 wt% and 9 wt%. Sintering process has done by using two methods, conventional sintering and APS (Arc Plasma Sintering). Physical properties of ceramics characterized include bulk density, porosity, and hardness. The phase composition of ceramics are evaluated by X-ray diffraction data (XRD). Furthermore, micrographic analysis is done by Scanning Electron Microscopy (SEM). In general, the phases formed in nanozircon ceramics are single-phase zircon for ceramics by conventional sinter technique, but secondary phases of monoclinic zirconia are present in ceramics by APS technique at the 0A1, and 0A2 samples. It is indicated that the samples have been decomposition. On the other hand, the addition of B_2O_3 can increase the hardness of the ceramics either sintered with conventional techniques or with APS techniques. Sintered by APS technique can produce higher density compared with conventional technique that is reach 92,95% in sample 6A1. Furthermore, micrographic analysis shows nthat the conventional sintered ceramic technique has larger grain size than the sintered ceramic with APS technique. In addition, APS samples that are directly exposed to plasma have higher density on the ceramic side exposed directly to the plasma.

Kata kunci: keramik nano-zirkon, boron oxide, sinter konvensional, sinter APS.

Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar Magister Sains (M.Si) di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

Fikriyatul Azizah Su'ud NRP: 01111650012006

Tanggal Ujian: 27 Juni 2018Periode Wisuda: September 2018

Disetujui Oleh:

2.

1. Prof. Suminar Pratapa, Ph.D. NIP. 19660224.199002.1.001

Prof. Dr. Suasmoro, DEA

NIP. 19550210.198010.1.001

(Pembimbing)

(Penguji)

3. <u>Dr. M. Zainuri, M.Si</u> NIP. 19640130.199002.1.001 (Penguji)

Dekan Fakultas Ilmu Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Prof. Dr.rer.nat. AgusRubiyanto, M.Eng, Sc. NIP. 19650619.198903.1.001

KATA PENGANTAR

Puji syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kehadirat Allah (*subhanahu wa ta'ala*) atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya yang tiada terbatas dari waktu ke waktu, sehingga penulis dapat menyelesaikan Tesis sebagai syarat wajib untuk memperoleh gelar master jurusan Fisika FIA ITS dengan judul:

Karakterisasi Keramik Nano Zirkon dengan Penambahan B₂O₃

Sholawat dan Salam senantiasa tercurahkan kepada Rasulullah tercinta, Muhammad (*sallallahu 'alaihi wa sallam*). Penulis menyadari dengan terselesaikannya penyusunan tesis ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

- 1. Ayah dan ibu tercinta yang senantiasa memberikan do'a, kasih saying serta dukungan moral terhadap keberhasilan penulis menyelesaikan Tesis.
- Bapak Prof. Suminar Pratapa, Ph.D. selaku orang tua kedua penulis sekaligus dosen pembimbing Tesis yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan Tesis dengan lancar.
- Bapak Prof. Suasmoro, DEA dan Bapak Dr. M. Zainuri M.Si, selaku dosen penguji sidang Tesis penulis.
- Kedua adek tercinta Firda Azkiya Safitri Su'ud dan Nahdian Nurhaffa Febriana Su'ud atas dukungan, motivasi serta hiburan yang selalu diberikan dalam suka dan duka.
- 5. Teman hidup Dana Dwi Irmawan atas segala semangat, motivasi serta nasehat yang selalu diberikan kepada penulis.
- 6. Bapak Dr. Yono Hadi P., M. Eng. selaku Ketua Jurusan Fisika FIA ITS.
- 7. Seluruh Staf Pengajar di Jurusan Fisika ITS.
- 8. Segenap karyawan Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika ITS.

- 9. Tim penelitian Mbak Musyarofah, Gabriela, Dinar dan Anita yang tak henti-hentinya menyemangati dan sabar membantu penulis dalam penelitian.
- Tim penelitian Bahan Alam, Mbak Nur Aini, Mas Roni, Pak Husain, Pak Irham, Allif, Wahyu, Muthia, Azaria, Firda, Dina, Daya, Sulthon yang turut membantu dalam penelitian dan diskusi di laboratorium.
- 11. Teman-teman pascasarjana fisika ITS 2016 yang selalu memberikan semangat dan dukungan selama masa kuliah, khususnya dalam pengerjaan tesis ini.

Penulis menyadari atas keterbatasan ilmu pengetahuan dan kemampuan yang dimiliki, oleh karena itu penulis berharap akan menerima kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan penulis Tesis ini. Semoga Tesis ini bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan serta memberikan inspirasi bagi pembaca untuk perkembangan lebih lanjut.

Surabaya, Juli 2018

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

LEMBAR PENGESAHAN	i
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	XV

BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Hasil Penelitian	4

BAB 2 KAJIAN PUSTAKA

2.1 Zirkon	5
2.2 Boron Oxide	8
2.3 Mekanisme Sinter Keramik Padat Nano-zirkon	9

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1	Konsep Penelitian	13
3.2	Prosedur Sintesis	13
	3.2.1 Ekstraksi Pasir Zirkon	13
	3.2.2 Sintesis Serbuk Nano-zirkon	14
	3.2.3 Sintesis Keramik Nano-zirkon dengan Teknik Sinter Konvensio	onal
	dan APS (Arc Plasma Sintering) dan Variasi penambahan B2O3	15

3.3 Karakterisasi Bahan Uji	17
3.3.1 Uji XRD (X-Ray Diffraction)	17
3.3.2 Uji Densitas dan Porositas	18
3.3.3 Uji Kekerasan	20
3.3.4 Uji SEM	20
3.4 Diagram Alir Penelitian	22

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Ekstraksi Serbuk Zirkon	25
4.2 Karakteristik Keramik	28
4.2.1 Komposisi Fasa Keramik Zirkon	28
4.2.2 Densitas dan Porositas Keramik	39
4.2.3 Kekerasan Keramik	40
4.2.4 Mikrografi Keramik	43
4.3 Diskusi	45

BAB 4 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan	53
5.2 Saran	53

DAFTAR PUSTAKA	55
LAMPIRAN-LAMPIRAN	59
RIWAYAT HIDUP PENULIS	74

DAFTAR GAMBAR

Gam	bar Halaman	
2.1	Diagram fasa dari ZrO ₂ -SiO ₂	
2.2	Struktur kristal ZrSiO ₄	
2.3	Tahapan reduksi porositas dengan penambahan bahan aditif 9	
2.4	Skema Instrumen APS 11	
3.1	Alat Electronic Densimeter 19	
3.2	Proses Ekstraksi Pasir Zirkon	
3.3	Proses Pembuatan Serbuk Nano Zirkon	
3.4	Proses Pembuatan Keramik Nano Zirkon	
4.1	Pola difraksi sinar-X (radiasi CuKa) pasir puya sebelum dan setelah	
	ekstraksi	
4.2	Pola difraksi sinar-X (radiasi CuKα) serbuk zirkon dengan variasi giling dan	
	anil 28	
4.3	Pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-Ka) keramik padat nano-zirkon tanpa dan	
	dengan variasi penambahan B2O3 dan temperatur sinter konvensional (a)	
	1100 °C, (b) 1200 °C, (c) 1300 °C	
4.4	Pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-Ka) keramik padat nano-zirkon tanpa dan	
	dengan variasi penambahan B2O3 dan dan teknik sinter APS dengan arus	
	60 ampere dan waktu 8 menit dengan sampel keramik belum dipoles dengan	
	amplas	
4.5	Ilustrasi pengambilan data XRD menurut kedalaman	
4.6	Ilustrasi daerah yang terpapar plasma pada metode Arc Plasma Sintering	
	(APS)	
4.7	Pola Difraksi Sinar-X (radiasi Cu-Ka) keramik padat nano zirkon dengan	
	dan tanpa penambahan B2O3 dan teknik sinter APS dengan arus 60 ampere	
	dan waktu 8 menit menurut kedalaman (a) sampel keramik belum dipoles	
	dengan amplas (b) sudah di poleh 1× dengan amplas (c) sudah di poleh 2×	
	dengan amplas (d) sudah di poleh 3× dengan amplas dan (e) sampel bawah	
	yang tidak terkena paparan langsung APS	

- 4.9 Penentuan titik-titik pengambilan jejak pada pengujian Hardness-Vickers untuk sampel yang disinter dengan teknik sinter APSdan tampak atas.42

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel

2.1	Sifat fisis Material Zirkon 7	
2.2	Sifat fisis Boron Oxide	
3.1	Daftar Kode Sampel Keramik Padat Nano-zirkon-B2O3 Disinter dengan	
	Teknik Sinter Konvensional dengan Waktu Tahan selama 5 Jam 16	
3.2	Daftar Kode Sampel Keramik Padat Nano-zirkon-B2O3 Disinter dengan	
	Teknik Sinter Arc Plasma Sintering (APS) dengan Arus 60 Ampere dan	
	waktu 8 Menit 16	
3.3	Spesifikasi Instrumen APS 17	
3.4	Spesifikasi alat XRD	
3.5	Spesifikasi alat Densimeter	
4.1	Komposisi Unsur dalam Sampel Sebelum dan Setelah Ekstraksi	
4.2	Parameter Kecocokan Analisis serta Ukuran Kristal Menggunakan	
	Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Keramik Padat Nano-zirkon dengan	
	Teknik Sinter Konvensional	
4.3	Parameter Kecocokan Analisis serta Ukuran Kristal Menggunakan	
	Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Keramik Padat Nano-zirkon dengan	
	Teknik Sinter APS Menurut Kedalaman 37	
4.4	Komposisi Fasa Sampel Keramik Nano Zirkon dengan Teknik Sinter	
	Konvensional dan Teknik APS dengan Arus 60 Ampere Selama 8 Menit 38	
4.5	Densitas Bulk dan Porositas Keramik Padat Nano Zikon dengan Variasi	
	Sinter Konvensional	
4.6	Densitas Bulk dan Porositas Keramik Padat Nano Zikon dengan Arc Plasma	
	Sintering (APS) 60 Ampere 8 Menit untuk sampel asli (belum dipoles),	
	poles 1×, poles 2× dan poles 3× 40	
4.7	Nilai Kekerasan Keramik Nano-Zirkon untuk Sinter Konvensional 41	
4.8	Nilai Kekerasan Keramik Nano-Zirkon untuk Sinter APS sampel keramik	
	asli (belum poles)	

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran Ha		laman
А	Data ICSD Analisis data Difraksi Sinar-X	59
В	Pola Hasil Penghalusan Rietveld dengan Perangkat Lunak Rietica	61
С	Luaran hasil Penghalusan Rietveld dengan Perangkat Lunak Rietica	71

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 LATAR BELAKANG

Zirkon adalah salah satu mineral dengan rumus kimia ZrSiO4(zirkonium *silikat*) dengan massa jenis 4,68 g/cm³ (Poernomo et al., 2016) dan kekerasan berkisar 7-8 (skala Mohs) dengan strukturkristal tetragonal (Suárez et al., 2015). Zirkon adalah salah satu material yang ketersediaannya melimpah di alam dan keramik zirkon merupakan salah satu material keramik yang sifat fisis maupun sifat kimianya banyak dimanfaatkan dalam dunia teknologi(Rendtorff et al., 2016). Keramik zirkon (ZrSiO₄) memiliki beberapa keunggulan diantaranya adalah memiliki ekspansi termal yang relatif rendah berkisar 4,1×10⁻⁶/°C pada temperatur 25-1400°C (Kaiser et al., 2008), konduktivitas termal yang rendah (5,1 W/m°C pada temperatur ruang dan 3,5 W/m°C pada temperatur 1000°C), stabilitas kimia yang tinggi, serta memiliki kekuatan mekanik suhu tinggi yang baik bahkan pada suhu yang lebih tinggi dari 1400 °C(Mori et al., 1990). Dengan sifat-sifat tersebut, keramik zirkon dapat dimanfaatkan dalam industri keramik, gelas dan industri pengecoran logam (Terki et al., 2005). Dalam industri pengecoran logam, zirkon dapat menjadi material tahan api yang baik (Pratomo et al., 2015).

Nanoscience merupakan cabang ilmu yang berkaitan dengan sintesis, karakterisasi, dan eksplorasi material berukuran nanometrik (Pokropivny, 2007). Material nanometrik merupakan material dalam skala ukuran nanometer yang mempunyai fasa tunggal maupun fasa jamak dengan ukuran kristal 1-100 nm(Thomas et al., 2015).Dalam beberapa tahun terakhir, penelitian mengenai struktur dan sifat material dengan menggunakan material nanometrik merupakan area yang cukup menarik untuk dipelajari lebih lanjut. Sebuah revolusi dalam bidang ilmu material berlomba-lomba untuk menemukan metode yang lebih efektif untuk mendapatkan material dalam skala nanometer. Sehingga, dapat diperoleh material baru dengan sifat listrik, optik, magnetik dan mekanik yang luar biasa (Gogotsi, 2017).

Disisi lain, Indonesia merupakan salah satu negara dengan potensi alam, termasuk pasir alam, terbesar di dunia. Salah satu pasir alam Indonesia yang potensial dieksplor adalah zirkon (ZrSiO₄). Keberadaan pasir zirkon di Indonesia tersebar pada beberapa wilayah seperti Pulau Kalimantan, Riau dan Bangka Belitung (Poernomo et al., 2016). UU Minerba tentang Pertambangan Mineral dan Batu Bara tahun 2009 telah membatasi ekspor bahan mentah ke luar negeri, sehingga dibutuhkan suatu cara sederhana untuk mengolah mineral alam menjadi material yang lebih fungsional (Poernomo et al., 2016). Sehingga, salah satu solusinya adalah dengan dikembangkannya teknik sederhana untuk mengolah menjadi material fungsional.

Beberapa metode untuk mendapatkan serbuk zirkon diantaranya adalah metode sol-gel (Mori et al., 1990), hidrotermal (Kimarneni dan Roy, 1988), dan proses kimia basah (Shi et al., 1994). Sintesis serbuk nanozirkon dengan metode *ball-milling* dan *annealing* sebelumnya sudah pernah dilakukan oleh Pradhan and Sinha)(2005) dengan material silika (SiO₂)amorf dan zirkonia (ZrO₂) monoklinik, namun belum berhasil didapatkan serbuk zirkon dengan fasa tunggal. Sedangkan, sintesis keramik zirkon dengan metode aktivasi mekanik den menggunakan *high energy ball milling* dilakukan oleh Rendtorff et al.(2012)dan dihasilkan keramik yang disinter dengan metode *Spark Plasma Sintering* (SPS) dengan densitas teoretik mencapai \approx 99%. Penelitian-penelitiantersebut tidak menggunakan pasir alam sebelumnya dilakukan oleh Nurlaila et al. (2017) dan dilanjutkan oleh Lestari (2017) untuk mendapatkan serbuk zirkon berukuran nanometrik.

Pada penelitian ini akan digunakan pasir puya, melanjutkan penelitian oleh Lestari (2017) untuk mendapatkan keramik nano-zirkon. dengan penambahan B₂O₃ sebagai *sintering agent*dan dicampurkan dengan menggunakan *planetary ball mill* dan disinter dengan menggunakan tungku konvensional dan instrumen APS (*Arc Plasma Sintering*). Penambahan B2O3 terbukti efektif dalam meningkatkan densitas keramik, seperti yang telah dilakukan oleh Upik (2017) yang berhasil meningkatkan densitas keramik forsterite dengan penambahan B₂O₃ dan Elsandika (2018) menggunakan B₂O₃ untuk meningkatkan densitas keramik zirkon mikro.Teknologi *Arc Plasma Sinteing* (APS) merupakan suatu metode sinteryang menggunakan plasma yang ditimbulkan oleh hasil beda potensial antara anoda dan katoda sertamenghasilkan muatan listrik sebagai media untuk pemadataan keramik. Berbeda dengan tungkukonvensional, *sinter* dengan metode APS membutuhkan waktu yang lebih singkat dari pada *furnace* pada umumnya (Bandriyana et al., 2017). Metode sinter dengan menggunakan APS telah mereka terapkan pada material *alloy* untuk mengamati pertumbuhan butir, sehingga didapatkan kekerasan *alloy* sebesar 150 VHN setelah disinter selama 4 menit. Sementara itu, salah satu riset mengenai sinter menggunakan metode APS pada nano-keramik belum pernah dilakukan, sehingga diharapkan kombinasi energi termal yang tinggi dan waktu yang pendek dapat menghasilkan keramik padat yang masih memiliki ukuran kristal atau butir dalam orde nanometrik. Riset mengenai sintesis keramik nano-zirkon tidak ditemukan di literatur hingga saat ini.

Dari kerangka berpikir tersebut, penelitian ini kemudian dirancang untuk menawarkan sebuah peluang realisasi penambahan nilai guna pasir zirkon Kalimantan Tengah sebagai material pembuatan keramik dengan penambahan B₂O₃dan disinter dengan menggunakan dua metode sinter yaitu, sinter konvensional dan sinter dengan APS, sehingga didapatkan keramik zirkon dengan kemurnian yang tinggi dengan sifat mekanik dan sifat termal yang baik.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah bagaimana karakteristik komposisi fasa, sifat fisik, serta mikrostruktur keramik padat nano-zirkon dengan dan tanpa penambahan B₂O₃ yang disinter dengan metode konvensional dan APS.

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan perumusan masalah, maka tujuan dari penelitian ini adalah untuk:

 Mensintesis keramik nano-zirkon dengan dan tanpa penambahan B₂O₃ yang disinter dengan metode konvensional dan APS. Mengetahui karakteristik komposisi fasa, sifat fisik, serta mikrostruktur keramik padat nano-zirkon dengan dan tanpa penambahan B₂O₃ yang disinter dengan metode konvensional dan APS.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini yaitu

- Material yang digunakan dalam penelitian ini yaitu pasir alam zirkon (pasir puya) dari Kereng Pengi, Kalimantan Tengah.
- 2. Keramik nano-zirkon ini menggunakan 2 metode sinter yaitu metode sinter konvensional dan APS.

1.5 Manfaat Hasil Penelitian

Penelitian ini dapat bermanfaat untuk peneliti, pembaca, lanoratorium, industri dalam memberikan wawasan dan informasi mengenai potensi alam Indonesia salah satunya adalah pasir zirkon yang dapat diolah sedemikian rupa sehingga dapat meningkatkan potensi bahan alam itu sendiri.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zirkon

Zirkon atau yang biasa disebut Zirkonium Silikat (ZrSiO₄) merupakan salah satu mineral yang paling banyak keberadaanya di bumi. Di Indonesia kederadaan zirkon sangat melimpah dalam bentuk pasir zirkon. Keberadaan pasir zirkon banyak terdapat di Kepulauan Riau, Bangka Belitung, dan Pulau Kalimantan (Poernomo et al., 2016). Keberadaan zirkon di Bangka Belitung berupa endapan aluvial yang bercampur dengan timah dan mineral lainnya dan biasanya banyak ditemukan di sepanjang aliran sungai pedalaman. Zirkon juga banyak ditemukan di sepanjang aliran sungai pedalaman Kalimantan sebagai alluvial emas dan rawa. Endapan yang banyak mengandung zirkon biasanya ditemui di Kalimantan Barat dan Kalimantan Tengah (Pratomo et al., 2015). Dengan adanya Undang- Undang Mineral dan batubara nomor 4 tahun 2009 dan peraturan turunannya berupa Peraturan Menteri Energi dan Sumber Daya Mineral nomor 7 tahun 2012, tentang peningkatan nilai tambah mineral melalui kegiatan pengolahan dan pemurnian mineral di dalam negeri, maka pasir zirkon, yang termasuk dalam komoditas mineral dalam peraturan tersebut, harus diolah terlebih dahulu sehingga mencapai batas minimum kemurniannya sebelum diekspor ke luar negeri (Undang-Undang Minerba nomor 4 tahun 2009, Peraturan Menteri Energi dan Dan Sumber Daya Mineral nomor 7 tahun 2012).

Zirkon banyak ditemukan dalam dalam bentuk mineral aksesori pada bakuan beku hasil dari pembentukan magma bercampur dengan mineral lain seperti silika. Zirkon ditemukan terkonsentrasi dengan mineral berat lainnya seperti rutil, ilmenit, leucoxene, monosit, kyanit, epidot, magnetit, apatit, dan sebagainya pada pasir sungai dengan kandungan utama besi dan titanium (Pratomo et al., 2015). zirkon juga merupakan mineral yang mempunyai kestabilan pada suhu tinggi, tidak larut dalam air, namun larut dalam asam dan mengendap dalam basa. Pada umumnya, zirkon yang siap dipakai adalah zirkon yang berasal dari alam, sehingga kemurnian pasir zirkon masih bergantung pada dimana zirkon mengkristal. Zirkon biasanya mengkristal dalam bentuk prisma tetragonal dengan sisi piramidal yang runcing dan tajam. Namun dalam beberapa kondisi , zirkon dapat mengkristal dalam bentuk bulat ellipsoidal, sedangkan bentuk bulat terbentu dari hasil kristalisasi partikel zirkon akibat pendinginan magma (Pirkle and Podmeyer, 1993).

Mineral yang paling penting dalam komposisi pasir zirkon adalah zirkonium silikat (ZrSiO4) dan oksida bebas baddeleyete (ZrO2). Mineral zirkon merupakan salah satu mineral dari grup silikat bening, bersifat stabil secara kimia maupun fisika yang mempunyai kekerasan 7-8 skala Moh's(Suárez et al., 2015). Pasir zirkon murni memiliki massa jenis 4,68 g/cm³ dan dengan variasi warna mulai dari kakuningan, kecoklatan, kemerahan, hijau, biru, hitam dan bahkan tidak berwarna. Zirkon merupakan komposisi alami dari Zirkonia (ZrO₂) dan Silika (SiO₂) dengan perbandingan umum komposisinya adalah 67.2% zirkonia dan 32.8% silika (Kaiser et al., 2008). Pembentukan zirkon dapat dilihat melalui diagram fasa pada gambar 2.1.



Gambar 2.1 Diagram fasa dari ZrO₂-SiO₂ (Kaiser et al., 2008)

Zirkon mudah dipisahkan dari bahan mineral magnetic dan konduktif karena sifatnya yang nonkonduktif dan nonmagnetic, sehingga pada proses pemurniannya dapat memanfaatkan sifat magnetic, konduktif dan massa jenis untuk mandapatkan zirkon dengan pemurnian tinggi (Vilmin et al., 1987). Menurut Poernomo (2012) zirkon meleleh pada temperatur 2550 °C, sedangkan pada temperatur 1500-2200 °C zirkon akan mengalami pemisahan menjadi zirkonia dan silika dan akan kembali pada bentuk semula pada saat dilakukan pendinginan. Pada temperatur dibawah titik leleh (*melting point*), zirkon dapat dijadikan keramik dengan porositas rendah dan massa jenis yang tinggi(Berndt, 1993). Pada tabel 2.1 disajikan data sifat fisis material zirkon.

Sifat Fisis Material	Nilai
Densitas	$4,68 \text{ g/cm}^3$
Titik leleh	2550 °C
Temperatur dekomposisi	1673 °C
Kekerasan	12,85 GPa

Tabel 2.1. Sifat fisis Material Zirkon (Suárez et al., 2015).

Zirkonium Silikat (ZrSiO₄) telah di anggap sebagai bahan kandidat untuk diterapkan pada temperatur tinggi dikarenakan stabilitas kimia yang baik dan koefisien ekspansi termal yaitu 4,1 x 10^{-6} /°C pada temperatur 1400°C. Zirkon mempunyai struktur tetragonal dimana atom-atom zirkonium dan silikon dihubungkan oleh atom-atom oksigen yang ditunjukkan pada gambar 2.2 dengan sel satuan yaitu a=b=0.6607 nm dan c = 0.5982 nm (Subbarao and Gokhale, 1968). Zirkon banyak digunakan untuk material pembersih permukaan, komponen pada reactor nuklir, lapisan anti korosi pada baja, industri makanan dan pada aplikasi medis. Selain itu, zirkon juga dilaporkan sangat efisiendigunakan sebagai material tahan panas(Hussain et al., 2013).



Gambar 2.2 Struktur kristal ZrSiO₄ (Wyckoff,1927)

2.2 Boron Oxide

Boron Oxide atau yang memiliki nama kimia B_2O_3 merupakan suatu senyawa yang terjadi karena adanya ikatan antara Boron dengan Oksigen. B_2O_3 mempunyai berat molekul 69,64 serta titik leleh 450°C. Bentuk fisik dari B_2O_3 adalah berwarna putih atau hampir tidak berwarna layaknya bening seperti gelas ECETOC (1994) seperti dijelaskan pada tabel 2.2

Tabel	2.2.	Sifat	fisis	Boron	Oxide	

Sifat-sifat Boron Oxide	
Rumus Kimia	B ₂ O ₃
Berat molekul	69,6182 g/mol
Warna	Putih
Titik Leleh	450-510 °C
Titik Didih	1860 °C
Densitas	2,460 g/cm ³

Boron Oxide banyak diaplikasikan pada industry kaca, optic, dan keramik. Sifatnya yang tidak mudah larut dalam air menjadikan boron oxide bersifat stabil dan dapat diaplikasikan dalam sistem keramik sederhana (Bernatz et al., 2001). Pada umumnya B₂O₃ digunakan sebagai *sintering agent* untuk mengurangi temperatur sinter keramik. Penelitian ini diharapannya dengan penambahan aditif B_2O_3 dapat mereduksi porositas kermik nanozirkon dan menurunkan nilai koefisien ekspansi termal. Gambar 2.3 menunjukan bahwa penambahan bahan aditif pada suatu material dapat mereduksi porositas, sehingga didapatkan keramik dengan porositas yang rendah.



Gambar 2.3. Tahapan reduksi porositas dengan penambahan bahan aditif (German, Randall M. et al., 2009)

2.3 Mekanisme Sinter Keramik Padat Nano-zirkon

Sintering adalah proses perlakuan termal untuk menghasilkan ikatan antar partikel, sehingga terbentuk padatan yang koheren. Sintering bertujuan untuk mengikat partikel-partikel serbuk, mengurangi porositas sehingga dihasilkan keramik dengan densitas yang tinggi. Proses ini memanfaatkan energi termal untuk mengurangi energi permukaan dan energi batas bulir sehingga batas-batas bulir akan berkurang (Khalil, 2012). Pada proses ini energy permukaan serbuk berbanding lurus dengan luas permukaan. Oleh karenanya, semakin halus partikel, maka luas permukaan spesifiknya juga lebih tinggi, sehingga energy permukaan yang dihasilkan juga lebih tinggi dan menyebabkan proses *sintering* terjadi lebih

cepat (Chaim et al., 2008). Pada penelitian ini, digunakan dua perlakuan sintering pada sampel keramik, yaitu dengan menggunakan teknik *furnace* konvensional dan *Arc Plasma Sinteing* (APS).

Teknologi *Arc Plasma Sinteing* (APS) merupakan suatu metode *sintering* yang menggunakan plasma yang ditimbulkan oleh hasil beda potensial antara anoda dan katoda dan menghasilkan muatan listrik sebagai media untuk pemadataan keramik. Berbeda dengan furnace konvensional, *sinter* dengan metode APS membutuhkan waktu yang lebih singkat dari pada *furnace* pada umumnya (Bandriyana et al., 2017).

Plasma sering disebut sebagai gas yang bermuatan listrik atau gas yang terionisasi. Pada prosesnya, suatu lucutan pijar (percikan arus yang menyala) yaitu pada saat arus meningkat pada suatu tekanan yang tetap, menyebabkan plasma terkungkung kerapatan arus lucutan meningkat. Hal Keadaan ini adalah transisi keadaan plasma dari lucutan pijar (glow discharge) ke lucutan busur (arc discharge). Dalam lucutan busur, suhu katoda sangat tinggi dan elektron termal dipancarkan dari katoda. Sering kali cahaya yang dipancarkan dari plasma berisi garis-garis yang berasal dari bahan katoda. Sebuah lucutan busur dapat dihasilkan pada tekanan rendah hanya beberapa Torr, meskipun lucutan busur dapat dibuat jauh lebih mudah pada tekanan yang relatif tinggi lebih dari 100 Torr. Dalam plasma yang dihasilkan oleh lucutan busur, distribusi energi elektron (yang ditandai dengan suhu elektron Te) dan molekul gas (ditandai dengan suhu gas Tg) hampir sama, karena frekuensi tumbukan antara elektron dan molekul gas menjadi lebih besar (Salam et al., 2017).

Salam et al., (2017) menggunakan APS dalam merekayasa permukaan logam baja untuk mendapatkan baja dengan kekerasan yang diinginkan. Pada pengaruh beda potensian yang dihasilkan oleh elektroda yan tugsten (elektroda tak terumpan) dengan benda uji, daerah api dilindungi oleh gas lindung (*innert gas*) untuk meminimalisis kontaminasi dengan udara luar. *Arc Plasma Sintering* yang digunakan memiliki daya sebesar 220 watt AC, kemudian dirangkai dengan inverter sehingga dihasilkan tegangan sebesar 12 Volt DC dengan arus maksimalnya 180 Ampere. Pemanasan yang tinggi dengan pendinginan yang cepat, perbedaan panas yang diberikan ±1300 °C dan dibiarkan mendingin pada

suhu ruang (±27 °C) menyebabkan tidak adanya pelelehan lapisan permukaan, tapi yang ditemukan adalah perubahan fasa pada logam. Perubahan fasa *pearlite* menjadi *martensite* disertai dengan tidak adanya perubahan komposisi kimia dari logam. APS adalah Salah satu fasilitas penunjang untuk riset material suhu tinggi yang dimiliki oleh Pusat Sains Teknologi Bahan Maju – Badan TenagaNuklir Nasional Puspitek, Serpong. Pada aplikasinya,*Arc plasma sintering* digunakan sebagai alat untuk rekayasa permukaan bahan denganaplikasinya untuk pengerasan bahan atau material (Salam et al., 2017). Bentuk fisik dari *Arc plasma sintering* (APS) dapat dilihat dari gambar 2.4



Gambar 2.4 Skema Instrumen APS

Komponenutama dari peralatan APS terdiri dari: torch, pendingin torch, sumber Arc, gas Argon, controller, penggerak sampel (bahan uji). Argon dialirkan ke torch yang telah dialiri air pendingin,didalam torch terjadi lompatan tegangan tinggi yang dihasilkan oleh sumber Arc, gas argon sebagai gas inners dan pembentuk plasma. Torch sebagai komponen utama berfungsi sebagai tempat terjadinya lompatan listrik akibat adanya beda potensial dari anoda dan katoda. Nozzel depan sebagai katoda dan tungsten yang terhubung negative sebagai anoda, gas argon sebagai gas inners befungsi sebagi gas pelindung dari kotoran yang terdapat pada lingkungan sekitar sedangkan gas nitrogen sebagai gas yang bereaksi dengan logam yang di panaskan pada sekitar antara 500-590°C (Salam et al., 2017), reaksi ini mengakibatkan panas pada ujung lidah api sekitar 600 °C dan pada pangkal sekitar 1300°C. Tingginya temperatur yang dihasilkan oleh alat ini menyebabkan pada peralatan APS dilengkapi dengan pendingin yang kontinyu dengan tujuan untuk membuat sirkulasi aliran dengan sistem pendingin.Sistem tegangan inverter bagian ini mempunyai tugas untuk menswitching transformator penurun daya agar trafo mampu mengeluarkan tegangan dan arus yang sesuai untuk proses pemanasan. Komponen switching biasanya menggunakan komponen semi konduktor aktif . Sampel holder di buat cekung agas memungkinkansampel tidak bergerak pada waktu pemanasan permukaan dan memudahkan pada saat peletakan sampel gas tepat pada ujung torch APS (Salam et al., 2017).

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Konsep Penelitian

Pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan keramik zirkon (Zr₂SiO₄) dalam skala nanometrik berbahan dasar pasir Puya, Kalimantan Tengah. Pasir puya akan melewati beberapa tahap untuk dapat dijadikan sebagai bahan dasar pembuatan keramik nanozirkon. Tahapan-tahapan tersebut meliputi, tahapan ekstraksi pasir zirkon untuk mendapatkan serbuk zirkon. Setelah didapatkan serbuk zirkon dilanjutkan dengan sintesis serbuk zirkon menjadi serbuk nano zirkon dan tahapan terakhir adalah pembuatan keramik nanozirkon.

Pembuatan keramik nanozirkon dilakukan dengan varisi penambahan B₂O₃. Keramik nanozirkon yang dihasilkan selanjutnya disinter dengan 2 jenis sinter. Proses sinteryang pertama menggunakan *konvensional sintering* dan yang kedua dengan menggunakan *Arc Plasma Sintering* (APS). Selanjutnya, keramik akan akan dikaretketisasi stuktur, sifat mekanik dan sifat termal.

3.2 Prosedur Sintesis

3.2.1 Ekstraksi Pasir Zirkon

Langkah awal dalam penelitian ini adalah penyiapan sampel pasir zirkon mengaju pada pekerjaan (Nurlaila et al., 2017) sebelumnya. Pasir alam yang digunakan adalah pasir puya yang didapatkan dari Kalimantan Tengah, Indonesia. Pasir tersebut kemudian dicuci dengan menggunkana *aquadest* yang bertujuan untuk membersihkan pasir dari pengotor yang tampak kasat mata. Selanjutnya, pasir dikeringkan untuk menghilangkan kandungan air dalam pasir dan dilanjutkan dengan melalukan pengujian *X-rayDiffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa dominan yang terkandung dalam pasir.

Proses penghilangan kandungan besi (Fe) yang terkandung dalam pasir alam dilakukan dengan menggunakan magnet permanen. Proses dilanjutkan dengan penggilingan dengan tujuan untuk mengecilkan ukuran butir pasir agar dapat menjadi serbuk dengan ukuran butir yang lebih kecil dengan proses *wet* *milling*. Proses ini dilakukan dalam alat *planetary ball mill* dengan kecepatan 150 rpm dalam waktu 2 jam dengan menggunakan bola zirkonia dan media alkohol. Kemudian, serbuk pasir zirkon hasil penggilingan dikeringkan pada suhu 70 °C dengan menggunakan *hot plate* dilanjutkan dengan melalukan pengujian *X-rayDiffraction*(XRD) untuk mengetahui fasa dominan yang terkandung dalam serbuk pasir zirkon.

Serbuk pasir zirkon kemudian dicampurkan dengan HCl 2M dan diaduk dengan menggunakan *stirrer* dan dilanjut dengan perendaman selama 24 jam. Endapan serbuk pasir zirkon dinetralisir dengan menggunakan *aquadest* sampai pH \pm 7 untuk menghilangkan kadar asam dalam sampel. Selanjutnya endapan dikeringkan pada suhu 100 °C dengan menggunkan *hot plate* untuk menghilangkan kadar air dalam sampel dilanjutkan dengan melalukan pengujian *X-rayDiffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa-fasa yang terkandung dalam serbuk pasir zirkon.

Serbuk zirkon zirkon HCl kedalam larutan NaOH 7M dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu ruang. Perlahan suhu dinaikkan sampai temperatur 250 °C sampai terbentuk kerak, selanjutnya dilakukan pengadukan kembali dengan menambahkan a*aquadest* 200 mL 1 jam pada temperatur ruang. Larutan didiamkan selama ±48 jam agar terbentuk endapan zirkon dan larutan Na₂SiO₃. Selanjutnya, endapan tersebut dinetralisir dengan menggunakan *aquadest* sampai pH ±7 kemudian dikeringkan (Muwwaqor, 2016; Nurlaila, 2016). Hasil pengeringan yang akan didapat berupa serbuk zirkon.Serbuk yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan XRD.

3.2.2 Sintesis Serbuk Nano-Zirkon

Sintesis serbuk zirkon berukuran nanometrik diawali dengan melakukan penggilingan serbuk zirkon hasil perendaman NaOH selama 5 jam dengan kecepatan 150 rpm. 20 gram serbuk zirkon digiling dengan menggunakan 167 mL alkohol dan 50 buah bola zirkonia. Selanjutnya, sampel dikeringkan dan dilajut dengan proses *anneling* pada suhu 200°C selama 2 jam dilanjut dengan penggilingan selama 5 jam, sehingga total penggilingan menjadi 10 jam dengan dua kali proses *annealing*(Lestari, 2017). Serbuk yang dihasilkan dari proses ini

merupakan serbuk zirkon yang telah berukuran nanometrik (≈40 nm) yang selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD untuk mendapatkan fasa-fasa yang terkandung di dalam sampel.

3.2.3 Sintesis Keramik Nano-Zirkon dengan Teknik Sinter Konvensional dan APS (*Arc Plasma Sintering*) dan Varisi Penambahan B₂O₃

Sintesis keramik padat nano-zirkon dilakukan dengan menimbang serbuk nano-zirkon dan serbuk B₂O₃ dengan menggunakan neraca digital, dengan komposisi B₂O₃ sebanyak 0%, 3%, 6% dan 9% menurut fraksi berat. Proses pencampuran dilakukan dengan menggunakan *planetary ball mill* selama 1 jam dengan kecepatan 150 rpm dengan tujuan untuk mendapatkan distribusi campuran yang merata. Masing-masing sampel keramik nano-zirkon dimasukkan ke dalam cetakan silinder dengan diameter ± 10 mm dengan tebal ±2mm, dikompaksi kemudian ditahan selama 3 menit untuk mendapatkan bentuk pelet. Selanjutnya, pelet diberi perlakuan panas melalui proses sinter konvensional dengan menggunakan tungku pemanas pada temperatur 1100 °C, 1200 °C dan 1300 °C dengan waktu tahan 5 jam untuk membentuk keramik padat.

Disisi lain, sampel keramik nano zirkon juga dimasukkan ke dalam cetakan silinder dengan diameter ± 15 mm, dikompaksi dengan menggunakan beban 10 Joule dan ditahan selama 3 menit. Sampel pelet yang terbentuk pada proses kompaksi yang kedua dilakukan untuk di sinter dengan menggunakan *Arc Plasma Sintering* (APS) pada arus 60 A dengan waktu tahan yang digunakan adalah 8 menit yang ditembakkan pada satu sisi. Komposisi penambahan B₂O₃ yang digunakan pada sintering dengan APS adalah 0 %wt, 3 %wt dan 6 %wt. Sampel yang telah di tempah dengan APS diuji densitas dan XRD, selanjutnya sampel keramik dipoles dengan amplas sampai 3 kali dan di tiap-tiap tahapan pemolesan sampel keramik diuji XRD dan densitas untuk mengetahui pengaruh pemolesan pada sampel keramik.

No	Kode Sampel	Keterangan Sampel
1	N0 1100	Keramik padat nano-zirkon tanpa B_2O_3 disinter pada temperatur 1100 °C
2	N3 1100	Keramik padat nano-zirkon dengan 3% wt B_2O_3 disinter pada temperatur 1100 °C
3	N6 1100	Keramik padat nano-zirkon dengan 6%wt B_2O_3 disinter pada temperatur 1100 °C
4	N9 1100	Keramik padat nano-zirkondengan 9%wt B_2O_3 disinter pada temperatur 1100 °C
5	N0 1200	Keramik padat nano-zirkon tanpa B_2O_3 disinter pada temperatur 1200 °C
6	N3 1200	Keramik padat nano-zirkon dengan 3 %wt B_2O_3 disinter pada temperatur 1200 °C
7	N6 1200	Keramik padat nano-zirkon dengan 6 $\%$ wtB ₂ O ₃ disinter pada temperatur 1200 °C
8	N9 1200	Keramik padat nano-zirkon dengan 9 %wtb B ₂ O ₃ disinter pada temperatur 1200 °C
9	N0 1300	Keramik padat nano-zirkon tanpa B_2O_3 disinter pada temperatur 1300 °C
10	N3 1300	Keramik padat nano-zirkon dengan 3 %wt B ₂ O ₃ disinter pada temperatur 1300 °C
11	N6 1300	Keramik padat nano-zirkon dengan 6 $\%$ wtB ₂ O ₃ disinter pada temperatur 1300 °C
12	N9 1300	Keramik padat nano-zirkon dengan 9 %wt B ₂ O ₃ disinter pada temperatur 1100 °C

Tabel 3.1 Daftar Kode Sampel Keramik Padat Nano-zirkon-B2O3 Disinter denganTeknik Sinter Konvensional dengan Waktu Tahan selama 5 Jam

Tabel 3.2 Daftar Kode Sampel Keramik Padat Nano-zirkon-B₂O₃ Disinter dengan Teknik Sinter *Arc Plasma Sintering* (APS) dengan Arus 60 Ampere dan waktu 8 Menit

No	Kode Sampel	Keterangan Sampel		
1	0A1	Keramik padat nano-zirkon tanpa B ₂ O ₃ belum dipoles dengan amplas dan ditembak satu sisi		
2	3A1	Keramik padat nano-zirkon dengan 3 $\%$ wt B_2O_3 belum dipoles dengan amplas dan ditembak satu sisi		
3	6A1	Keramik padat nano-zirkon dengan 6 %wt B_2O_3 belum dipoles dengan amplas dan ditembak satu sisi		
7	0A2	Keramik padat nano-zirkon tanpa B_2O_3 dipoles 1× dengan amplas dan ditembak satu sisi		
8	3A2	Keramik padat nano-zirkon dengan 3 %wt B_2O_3 dipoles 1× dengan amplas dan ditembak satu sisi		
9	6A2	Keramik padat nano-zirkon dengan 6 %wt B ₂ O ₃ dipoles 1× dengan amplas dan ditembak satu sisi		

13	0A3	Keramik padat nano-zirkon tanpa B_2O_3 dipoles 2× dengan amplas
		dan dhembak satu sisi
1/	343	Keramik padat nano-zirkon dengan 3 %wt B ₂ O ₃ dipoles 2× dengan
14	JAJ	amplas dan ditembak satu sisi
15 6	(1)	Keramik padat nano-zirkon dengan 6 %wt B ₂ O ₃ dipoles 2× dengan
	6A3	amplas dan ditembak satu sisi
19 (0.4.4	Keramik padat nano-zirkon tanpa B ₂ O ₃ dipoles 3× dengan amplas
	0A4	dan ditembak satu sisi
20	3A4	Keramik padat nano-zirkondengan 3 %wt B ₂ O ₃ dipoles 3× dengan
		amplas dan ditembak satu sisi
21	6A4	Keramik padat nano-zirkondengan 6 %wt B ₂ O ₃ dipoles 3× dengan
		amplas dan ditembak satu sisi

Dalam penelitian ini *Arc Plasma Sintering* akan digunakan sebagai salah satu metode alternatif, mengingat berbagai keunggulan yang ditawarkan oleh alat ini. Spesifikasi parameter yang digunakan pada penelitian ini ditunjukkan pada Tabel 3.3.

Tabel 3.3 Spesifikasi Instrumen APS

Parameter	Besaran
Tegangan Utama	DC 12 V
Arus	60A
Flow Gas	10 liter per menit
Setting Jeda	2 menit
Durasi Pemanasan	8 menit 1 sisi dan 2 sisi

3.3 Karakterisasi Bahan Uji

3.3.1 Uji XRD (X-Ray Diffraction)

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui fasa-fasa kristalin apa saja yang terkandung pada sampel dengan menggunakan alat XRD di Laboratorium Departemen Teknik Material dan Metalurgi, ITS. Pengukuran ini dilakukan pada sudut 15-65° dan step size 0.00170° dengan tegangan 40 kV dan arus 30 mA dan menggunakan target Cu (λ = 1.54060 Å).

Analisis data XRD awal yang digunakan dalam penelitian ini adalah analisis kualitatif dengan menggunakan perangkat lunak *Match!3* yang bertujuan untuk identifikasi fasa yang terbentuk dalam sampel dengan metode pencocokan (*matching*) antara pola difraksi terukur dengan pola difraksi pada model. Sekuensi 2θ-intensitas dan daftar hkl yang cocok antara pola difraksi terukur dengan pola difraksi model, mengindikasikan bahwa sampel yang terdifraksi tersebut mengkristal sesuai dengan struktur yang sama seperti yang dimiliki oleh model, demikian juga dengan fasanya.

Selanjutnya analisis kuantitatif dengan menggunakan analisi *Rietveld Refinement* dijalankan untuk mengetahui struktur Kristal dan juga kuantifikasi fasa (% berat maupun % volume). Komposisi fasa kristalin dalam dara XRD ditentukan dengan menggunakan Metode 'ZMV' relative (Bish & Howard, 1988). Sedangkan perangkat lunak berbasis penghalusan Rietveld yang digunakan adalah *Rietica* (Pratapa, 2009).

Bagian Instrumen	Spesifikasi
Radiation	CuKa ₁
Scan axis	Gonio
Scan type	Continous
Divergence slit type	Automatic
Step angle	0,04
Voltage	40 kV
Current	30 mA
Scan step time	0,5 detik
Divergence slit	1°
Receiving slit	0,1 mm
Scattering slit	1°
Specimen length	10 mm
Goniometer radius	200 mm
Start angle	10°
End angle	55°

Tabel 3.4 Spesifikasi alat XRD

3.3.2 Uji Densitas dan Porositas

Densitas dan porositas sampel keramik dapat dikarakterisasi dengan menggunakan alat *Electronic Densimeter* BK-DME300D dengan menggunakan prinsip archimedes yang mengikuti standar Australia AS 1774.5 (Australian standart, 1989) dengan spesifikasi alat yang ditampilkan pada tabel 3.4. Densitas atau massa jenis adalah suatu besaran kerapatan massa benda yang dinyatakan dalam berat benda per satuan volume benda tersebut dengan simbol ρ dalam g/cm³. sedangkan porositas merupakan suatu ukuran yang dipakai untuk menyatakan ruang kosong di antara material. Porositas dinyatakan dalam bentuk presentase antara 0 hingga 100 % yang merupakan fraksi dari volume ruang kosong terhadap volume total materialsesuai dengan Persamaan 3.1.

$$\% porositas = \frac{\rho - \rho_{teritik}}{\rho_{teoritik}} \times 100\%$$

Gambar 3.1. Alat *Electronic Densimeter*

Bagian Instrumen	Spesifikasi
Model	BK-DME300D
Kapasitas	0,005~300 gram
Density Range	0,001~99,999 gram/cm ³
Measuring Time	5 s
Measuring principle	Archimedes

Tabel 3.5 Spesifikasi alat Densime	eter
------------------------------------	------

Sebelum dilakukan pengukuran, sampel keramik terlebih dahulu dikeringkan dengan menggunakan *hotplate* dengan tujuan untuk mendapatkan sampel keramik dengan masa kering yang maksimal, selanjutnya sampel diukur massa keringnya dengan meletakkan sampel keramik pada bagian atas densimeter dan massa basah sampel keramik dengan meletakkan sampel pada bagian yang terdapat air pada alat densimeter dan nilai densitas sampel keramik ditampilkan pada layar densimeter. Secara umum, pengukuran densitas dengan menggunakan alat densimeter menggunakan prinsip Archimedes dimana massa kering (*mk*) dan massa basah (*mb*) digunakan untuk menentukan nilai densitas sampel keramik.

3.3.3 Uji Kekerasan

Kekerasan merupakan ukuran ketahanan suatu material terhadap daya dari luar yang akan menyebabkan deformasi. Nilai kekerasan berkaitan dengan kekuatan luluh suatu material selama penjejakan. Pengujian kekerasan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah dengan menggunakan metode *Vikers* dengan menggunakan alat *Michohardness Tester Type FM-7 Mitutoyo* di Laboratorium Ebergi ITS. Penjejak (indentor) yang digunakan adalah intan dengan ujung berbentuk piramida. Nilai kekerasan dari hasil pengujian kekerasan ini berupa VHN (*Vickers Hardness Number*) yang dapat diartikan sebagai pembagian antara beban yang diberikan denan luas penampang kekakuan yang terjadi dana dapat dihitung melalui persamaan 3.3 (Syarif dkk, 2011)

$$HV = 1.854 \frac{P}{d^2} \tag{3.1}$$

Dengan **HV** adalah nilai kekerasan *vickers*, **P** adalah besarnya beban yang diberikan pada sampel dan dinyatakan dalam satuan kgf (kilogram force), **d** adalah rata-rata panjang diagonal jejak indentor yang dinyatan dalam satuan *mm*. Dalam penelitian ini menggunakan beban sebesar 1 kgf.

3.3.4 Pengamatan Mikrografi

Scanning Electron Microscopy (SEM) alat salah satu mikroskop electron yang di desain secara langsung untuk mempelajari topografi permukaan sampel secara langsung (Leng, 2008). Tahapan yang perlu dilakukan untuk sebelum melakukan pengujian SEM adalah pertama, preparasi sampel yang di perlakukan dengan pelapisan (coating) permukaan sampel akan dilakukan pengujian. Pelapisan ini disebut pelapisan konduktif (Conductive Coating) yang dimaksudkan untuk mencegah terjadinya akumulasi medan elektrik statis pada spesimen sehubungan dengan elektron irradiasi sewaktu proses penggambaran sampel. Pengujian SEM dilakukan di Laboratorium SEM, Departemen Teknik Mesin ITS. Pengoperasian SEM menggunakan energy sebesar 10 kV, dengan perbesaran 500×, 2000×, 3000× dan 5000× untuk sampel keramik konvensional dan perbesaran 1000×, 3000×, 5000× dan 7000× juga dilakukan untuk mengamati struktur patahan (*fractured part*) sampel keramik APS.
3.4 Diagram Alir Penelitian

3.4.1 Ekstraksi Pasir Zirkon



Gambar 3. 2 Proses Ekstraksi Pasir Zirkon(Nurlaila et al., 2017)

3.4.2 Sintesis Serbuk Nano-Zirkon



Gambar 3.3 Proses Pembuatan Serbuk Nano Zirkon (Lestari, 2017)



3.3.3 Sintesis Keramik Padat Nano-Zirkon

Gambar 3.4 Proses Pembuatan Keramik Nano Zirkon

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Ekstraksi Serbuk Zirkon

Proses sintesis diawali dengan proses pemurnian pasir zirkon alam menjadi serbuk zirkon seperti yang sebelumnya telah dilakukan oleh Nurlaila (2016) dan Muwaqqor (2016). Pada pasir zirkon alam sebelum pemurnian terdapat bermacam-macam unsur pengotor seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.1, sehingga proses permurnian pasir zirkon menjadi salah satu langkah penting untuk mendapatkan serbuk zirkon dengan tingkat kemurnian yang tingi. Dari Tabel 4.1 diketahui bahwa dua unsur dominan dari pasir zirkon alam, sesuai harapan, adalah Zr dan Si. Proses separasi magnetik dilakukan untuk memisahkan partikel magnetik yang terkandung dalam pasir zirkon maupun unsur-unsur yang menempel padanya. Tabel 4.1 menunjukkan hasil pengujian *X-ray fluerescence* (XRF) dari masing-masing tahap ekstraksi serbuk zirkon. Dara hasil pengujian terlihat bahwa kandungan unsur-unsur Ti, Hf, Fe, Cr, Y, Sn, Ag, Cd dan Sr mengalami penurunan setelah proses tersebut.

Selanjutnya dilakukan penggilingan basah dengan tujuan untuk mereduksi ukuran pastikel dan mengurangi adanya kemungkinan adanya inklusi impuritas dalam butiran pasir. Lalu, serbuk pasir zirkon yang telah digiling direndam menggunakan HCl untuk mengurangi kadar Ti. Hasilnya, persentase unsur Zr sebagai unsur penyusun zirkon naik menjadi 76,22 wt%. Proses selanjutnya adalah reaksi dengan menggunakan NaOH yang bertujuan untuk menghilangkan fasa kuarsa dalam serbuk. . Kuarsa dapat bereaksi dengan NaOH, namun tidak bereaksi dengan zirkon sehingga dihasilkan serbuk zirkon 100%. Langkah terakhir ini menghasilkan kadar unsur Zr dalam serbuk menjadi 80,99 wt%. Hasil uji XRF menunjukkan adanya peningkatan presentase komposisi unsur zirkonium dan silikon. Proses pemisahan kuarsa pada perendaman NaOH mengikuti Persamaan 4.1.

$$2NaOH_{(s)} + H_2O_{(l)} + SiO_{2(s)} \to Na_2SiO_{3(l)} + 2H_2O_{(l)}$$
(4.1)

		Konsen	trasi (wt%)		
Unsur	Decir Duvo	Setelah separasi	Setelah	Setelah	
	Fasii Fuya	magnet	Perendaman HCl	Reaksi NaOH	
Zr	59,40	57,29	76,22	80,99	
Si	33,41	37,56	19,44	14,20	
Ti	5,59	4,20	2,79	2,47	
Hf	0,83	0,75	1,29	1,30	
Fe	0,30	-	-	-	
Cr	0,21	-	-	-	
Y	0,19	0,18	0,22	0,04	
Sn	0,02	-	0,01	0,01	
Ag	0,01	-	0,01	0,01	
Cd	0,01	-	0,01	0,01	
Sr	0,21	-	-	0,18	

Tabel 4.1Komposisi Unsur dalam Sampel Sebelum dan Setelah Ekstraksi
(Muwwaqor, 2016; Nurlaila, 2016; Lestari, 2017)

Pemberian NaOH berpengaruh pada proses pengikatan fasa kuarsa oleh NaOH. Hal tersebut dikarenakan fasa kuarsa tidak larut dalam larutan asam melainkan larut dalam larutan basa. sehingga dipilih NaOH sebagai media agar fasa kuarsa dapat larut. Meski fasa kuarsa dapat larut dalam larutan NaOH. larutan ini tidak bereaksi Zr. sehingga setelah proses ini konsentasi Zr menjadi semakin meningkat. Hal tersebut semakin diperkuat dengan hasil XRD (*X-Ray Diffraction*) pada gambar 4.1. Berdasarkan analisis kualitatif, puncak-puncak yang teridentifikasi pada tahap stelah perendaman HCl adalah zirkon (ZrSiO₄) dan silika dengan struktur *quartz* (SiO₂). Kemudian pada tahap setelah pereaksian dengan NaOH puncak-puncak yang teridentifikasi merupakan puncak zirkon. Fasa zirkon semakin meningkat seiring dengan tiap tahap pemurnian yang ditunjukkan oleh semakin hilangkan puncak-puncak kecil yang diindikasikan sebagai pengotor. Dengan hasil tersebut, maka pengujian XRF menjadi lebih kuat untuk membuktikan bahwa zirkon yang didapatkan pada proses ekstraksi sudah murni.



Gambar 4.1 Pola difraksi sinar-X radiasi CuKα) pasir Puya sebelum dan setelah ekstraksi [z=zirkon, q=kuarsa] (Muwwaqor, 2016), (Nurlaila, 2016), (Lestari, 2017)

Serbuk zirkon yang telah diekstraksi dari pasir puya selanjutnya digiling dan di anil untuk mendapatkan serbuk zirkon berukuran nanometrik. Penggilingan pertama dilakukan selama 5 jam dengan metode penggilingan basah. selanjutnya sampel dikeringkan dan di anil pada temperatur 200°C selama 2 jam. Proses giling dan anil dilakukan sebanyak 2 kali dengan total waktu giling adalah 10 jam seperti yang dilakukan oleh (Lestari. 2017).

Pola difraksi sinar-X serbuk zirkon dengan variasi waktu giling 10 jam diperlihatkan pada Gambar 4.2. Sampel Z0 merupakan serbuk zirkon setelah proses reaksi dengan NaOH. ZM1 adalah sampel serbuk zirkon setelah di giling selama 5 jam. ZMA1 adalah serbuk zirkon setelah digiling 5 jam dan di anil 200°C 2 jam. ZM1 adalah sampel serbuk zirkon setelah di giling selama 10 jam dan ZMA2 adalah serbuk zirkon setelah digiling 10 jam dan dianil 200°C 2 jam. Dari penelitian yang sebelumnya dilakukan oleh Lestari (2017) serbuk zirkon setelah giling dan anil yang kedua berukuran 40(6) nm.



Gambar 4.2 Pola difraksi sinar-X (radiasi CuKα) serbuk zirkon dengan variasi giling dan anil(Lestari, 2017).

4.2 Karakteristik Keramik

4.2.1 Komposisi Fasa Keramik Zirkon

Pola-pola difraksi sinar-x keramik padat nano-zirkon yang disinter dengan teknik sinter konvensional diperlihatkan pada Gambar 4.3. Keramik-keramik zirkon ini disintesis dari serbuk nano-zirkon yang disinter pada temperatur sinter 1100 °C, 1200 °C dan 1300 °C dan variasi penambahan *sintering agent* (B₂O₃) sebanyak 0 %wt, 3 %wt, 6 %wt dan 9 %wt. Analisis kualitatif dilakukan dengan mencocokkan pola difraksi terukur dengan pola difraksi terhitung yang dicocokkan dengan database melalui perangkat lunak *match*! untuk mengetahui fasa yang terkandung dalam sampel keramik. Berdasarkan analisis kualitatif, fasafasa yang terkandung dalam sampel keramik sinter konvensional, baik dengan atau tanpa penambahan B₂O₃ adalah fasa tunggal, yaitu fasa zirkon.



(a)

29



(c)

Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-Kα) keramik padat nano-zirkon tanpa dan dengan variasi penambahan B₂O₃ dan temperatur sinter konvensional (a) 1100 °C, (b) 1200 °C, (c) 1300 °C.

Selanjutnya, pola-pola difraksi sinar-x keramik nano-zirkon yang disinter menggunakan teknik APS dengan arus 60 Ampere dan waktu 8 menit dengan variasi penambahan *sintering agent* (B₂O₃) sebanyak 0 %wt, 3 %wt, 6 %wt diperlihatkan pada Gambar 4.4. Berdasarkan analisis kualitatif, keramik padat yang disinter dengan teknik APS menunjukkan fasa tunggal zirkon untuk sampel APS dengan penambahan B₂O₃ sebanyak 3 wt% (3A1) dan 6 wt% (6A1), namun untuk sampel tanpa penambahan B₂O₃ (0A1) teridentifikasi fasa zirkon dan fasa zirkonia monoklinik.



Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-x (radiasi Cu-Kα) keramik padat nano-zirkon tanpa dan dengan variasi penambahan B₂O₃ dan dan teknik sinter APS dengan arus 60 ampere dan waktu 8 menit dengan sampel keramik belum dipoles dengan amplas.

Untuk mengkaji lebih jauh efek sinter APS pada keramik-keramik yang dihasilkan, penelitian dilanjutkan dengan melakukan serangkaian karakterisasi terhadap sampel-sampel setelah dipoles bagian-bagian terpaparnya.Pengujian data XRD diawali dengan sampel APS asli (belum pernah dipoles) yang diberi simbol dengan A1, selanjutnya untuk sampel APS yang telah diamplas 1× diberi simbol A2, sedangkan A3 adalah sampel APS yang telah diamplas 2× dan A4 adalan sampel APS yang telah diamplas 3×. Ilustrasi karakterisasi menurut kedalaman disajikan pada Gambar 4.5. Selanjutnya, ilustrasi persebaran panas yang terjadi pada sampel keramik padat nano-zirkon yang disinter dengan menggunakan metode APS dapat dilihat pada Gambar 4.6. Dari ilustrasi tersebut dapat diindikasikan bahwa area yang terkena plasma secara langsung (yang ditunjukkan sengan warna merah) memiliki panas yang lebih tinggi daripada area yang berwarna orange dan warna kuning.



Gambar 4.5 Ilustrasi pengambilan data XRD menurut kedalaman sampel keramik dengan metode APS dan anak panah menunjukkan paparan plasma.



Gambar 4.6 Ilustrasi daerah yang terpapar plasma pada metode *Arc Plasma Sintering* (APS) dan anak panah menunjukkan paparan plasma.

Pola-pola difraksi sinar-x sampel keramik APS diambil menurut kedalaman ditampilkan oleh Gambar 4.7. Dari hasil analisis kualitatif, sampel tanpa penambahan B_2O_3 teridentifikasi fasa zirkon dan zirkonia monoklinik pada sampel keramik yang belum dipoles (0A1) dan sampel keramik yang telah dipoles 1× (0A2). Analisis lebih lanjut pada pola difraksi keramik nano-zirkon konvensional maupun APS adalah analisis kuantitatif guna untuk mengetahui komposisi fasa yang terkandung dalam keramik nano-zirkon dengan menngunakan metode *Rietveld* dan perangkat lunak *Rietica* guna mendapatkan prosentase komposisi fasa keramik padat nano-zirkon. Contoh plot hasil penghalusan (*parameter refinement*) salah satu sampel keramik nano zirkon diperlihatkan pada Gambar 4.8 dan yang lain dilampirkan.







Gambar 4.7 Pola Difraksi Sinar-X (radiasi Cu-Kα) keramik padat nano zirkon dengan dan tanpa penambahan B₂O₃ dan teknik sinter APS dengan arus 60 ampere dan waktu 8 menit menurut kedalaman (a) sampel keramik belum dipoles dengan amplas (b) sudah di poleh 1× dengan amplas (c) sudah di poleh 2× dengan amplas (d) sudah di poleh 3× dengan amplas dan (e) sampel bawah yang tidak terkena paparan langsung APS.

Tabel 4.2 memperlihatkan parameter kecocokan hasil analisis difraksi sinar-x menggunakan perangkat lunak *Rietica* untuk sampel-sampel Keramik padat nano-zirkon dengan metode sinter konvensional menggunakan *Furnace*. Sedangkan parameter kecocokan untuk sampel dengan teknik sinter APS ditunjukkan oleh Tabel 4.3. Terdapat beberapa kriteria agar analisis dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica* dapat diterima (*acceptable*), di antaranya adalah nilai GoF <4% sedangkan parameter kecocokan yang lain seperti R-profile (R_p), R-weighted profile (R_{wp}), R-expected (R_{exp}) <20%.

(e)



Gambar 4.8 Contoh Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *Rietica* untuk sampel keramik padat Nano-Zirkon tanpa penambahan B₂O₃ pada temperatursinter 1100 °C (Sampel N0 1100). (Garis merah : data terhitung; titik hitam : data terukur; garis hijau : selisih)

Ukuran kristal keramik padat nano-zirkon yang disinter dengan metode sinter konvensional dan APS juga dihitung dengan menggunakan metode *rietveld* dari perangkat lunak *rietica* dengan menggunakan mode pencocokan puncak *voigt*. Metode pengukuran ini menggunakan nilai *Lorentzian Componen* dengan memasukkan nilainya pada persamaan persamaan 4.2. Dengan penggunakan persamaan tersebut dapat diketahui ukuran kristal keramik nano-zirkon.

$$D = \frac{\lambda}{H_l - H_{l,s}} \tag{4.2}$$

dengan D adalah ukuran kristal, λ adalah panjang gelombang sinar-x, H_L adalah *Lorentzian Component* keluaran dari *Rietica* dan H_{L,S} merupakan *Lorentzian Component* yang merupakan hasil kalibrasi dari alat uji. Pada perhitungan ini digunakan H_{L,S} sebesar 0,005 (Ramadani, 2015). Dari hasil perhitungan didapatkan ukuran kristal sampel keramik padat nano-zirkon yang disinter dengan teknik konvensional dan APS yang ditampilkan pada Tabel 4.2 dan Tabel 4.3.

Sampal				Luaran Rie	tica
Samper	GoF	Rwp	Rexp	R-bragg	Ukuran Kristal (nm)
N0 1100	3,107	11,62	6,59	2,90	276
N3 1100	3,519	12,54	6,68	2,89	284
N6 1100	3,381	12,68	6,9	2,72	212
N9 1100	3,565	12,98	6,87	2,86	247
N0 1200	3,135	12,1	6,83	2,90	371
N3 1200	3,447	12,61	6,79	2,76	309
N6 1200	4,144	13,73	6,75	3,41	283
N9 1200	4,113	13,85	6,83	3,23	268
N0 1300	4,210	14,05	6,85	3,61	291
N3 1300	3,549	12,8	6,79	2,78	325
N6 1300	4,526	14,62	6,87	3,62	304
N9 1300	4,141	14,07	6,91	3,52	326

Tabel 4.2Parameter Kecocokan Analisis serta Ukuran Kristal Menggunakan
Perangkat Lunak *Rietica* untuk Sampel Keramik Padat Nano-
zirkon dengan Teknik Sinter Konvensional

Tabel 4.3Parameter Kecocokan Analisis serta Ukuran Kristal Menggunakan
Perangkat Lunak *Rietica* untuk Sampel Keramik Padat Nano-
zirkon dengan Teknik Sinter APS Menurut Kedalaman.

	Luaran Rietica							
Sampel	CoF	Dwn	Dovn	Rbragg		Ukuran Kristal (nm)		
	001	Rwp	кехр	Zirkon	m-zirkonia	Zirkon	m-zirkonia	
0A1	2,794	7,81	4,67	2,63	5,37	250	32	
3A1	2,239	10,18	6,8	1,62	-	165	-	
6A1	2,826	11,16	6,64	2,33	-	180	-	
0A2	2,887	10,48	6,17	3,29	6,36	221	66	
3A2	1,261	6,01	5,35	2,28	-	136	-	
6A2	3,252	9,83	5,45	3,15	-	202	-	
0A3	2,228	9,17	6,14	2,77	-	202	-	
3A3	2,740	9,25	5,59	2,97	-	203	-	
6A3	2,186	9,42	6,37	2,87	-	203	-	
0A4	2,802	9,14	7,02	1,63	-	134	-	
3A4	2,890	9,27	6,88	2,01	-	142	-	
6A4	2,483	8,62	6,96	2,29	-	164	-	
0A5	2,962	11,37	6,61	2,23	-	127	-	
3A5	2,715	10,89	6,61	2,07	-	119	-	
6A5	3,282	12,18	6,72	2,41	-	132		

Selanjutnya, komposisi sampel keramik nano-zirkon dengan teknik sinter konvensional dan teknik sinter APS ditampilkan pada Tabel 4.4. Komposisi fasa dan ukuran kristal keramik nano-zirkon dianalisis dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica*. Hasil analisi menunjukkan, pada sampel keramik dengan metode sinter konvensional didapatkan komposisi fasa zirkon sebanyak 100%, sedangkan pada sampel keramik dengan metode APS terdapat fasa sekunder, yaitu fasa zirkonia monoklinik. Terbentuknya fasa monoklinik diindikasikan adanya dekomposisi fasa zirkon menjadi 2 fasa, yaitu zirkon (ZrSiO₄) dan zirkonia (ZrO₂) monoklinik. Keberadan zirkonia monoklinik seharusnya juga diikuti dengan keberadaan fasa lain dalam sampel, namun pola difraksi sinar-x tidak menunjukkan adanya puncak-puncak fasa lain, sehingga dapat diindikasikan bahwa fasa lain yang terbentuk adalah amorf. Fasa amorf yang terbentuk diduga berasal dari silika (SiO₂), karena zirkon dapat terdekomposisi menjadi zirkonia (ZrO₂) dan silika (SiO₂) pada temperatur >1600 °C (Kaiser et al., 2008).

Untuk mengetahui komposisi fasa kristalin dan amorf pada keramik 0A1 dan 0A2 perlu dilakukan analisis derajat kristalinitas (Fauziah, 2016). Analisis derajat kristalinitas dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *Match*!2 dengan memanfaatkan nilai *background radiation* untuk mengetahui pengaruh fasa amorfus terhadap pola XRD.

Se	Selama 8 Menit.							
Sampal	Kompo	osisi (mol%)	Komposisi (wt%)					
Samper	Zirkon	m-zirkonia	Zirkon	m-zirkonia	amorf			
N0 1100	100	-	100	-	-			
N3 1100	100	-	100	-	-			
N6 1100	100	-	100	-	-			
N9 1100	N9 1100 100		100	-	-			
N0 1200	100	-	100	-	-			
N3 1200	100	-	100	-	-			
N6 1200	100	-	100	-	-			
N9 1200	100	-	100	-	-			
N0 1300	100	-	100	-	-			
N3 1300	100	-	100	-	-			

Tabel 4.4Komposisi Fasa Sampel Keramik Nano Zirkon dengan Teknik
Sinter Konvensional dan Teknik APS dengan Arus 60 Ampere
Selama 8 Menit.

N6 1300	100	-	100	-	-
N9 1300	100	-	100	-	-
0A1	91,72	8,28	94,28	5,72	4,8
3A1	100	-	100	-	-
6A1	100	-	100	-	-
0A2	57,75	42,25	67,04	32,96	29,6
3A2	100	-	100	-	-
6A2	100	-	100	-	-
0A3	100	-	100	-	-
3A3	100	-	100	-	-
6A3	100	-	100	-	-
0A4	100	-	100	-	-
3A4	100	-	100	-	-
6A4	100	-	100	-	-
0A5	100	-	100	-	-
3A5	100	-	100	-	-
6A4	100	-	100	-	-

4.2.2 Densitas dan Porositas Keramik

Pengujian densitas keramik padat nano-zirkon dengan densimeter elektronik dilakukan untuk mengetahui densitas bulk dan porositas keramik yang hasilnya ditampilkan pada tabel 4.5 untuk sampel keramik dengan teknik sinter konvensional dan tabel 4.6 untuk sampel keramik dengan teknik sinter APS. Secara umum densitas sampel keramik nano-zirkon APS memberikan hasil yang cukup baik dibandingkan dengan sampel kerarik nano zirkon konvensional. Nilai porositas keramik APS mengalami penurunan seiring dengan bertambahnya B₂O₃.

Pada keramik nano-zirkon konvensional penambahan B_2O_3 tidak memberikan perbedaan yang cukup signifikan dalam menurunkan porositas pada keramik. Berbeda dengan sampel keramik konvensional, penamabahn B_2O_3 ternyata cukup efektif pada sampel keramik APS. Menurunnya nilai porositas dengan penambahan B_2O_3 dikarenakan B_2O_3 telah meleleh pada temperatur yang cukup rendah yaitu 480°C dan mengisi rongga-rongga diantara butiran zirkon (Yang dan Cheng, 1999).

Sampel	Densitas (gr/cm ³)	Porositas (%)
N0 1100	4,25	8,99
N3 1100	4,17	10,66
N6 1100	4,05	13,38
N9 1100	4,13	11,58
N0 1200	4,28	8,35
N3 1200	4,17	10,64
N6 1200	4,24	9,23
N9 1200	4,24	9,16
N0 1300	4,08	12,63
N3 1300	4,09	12,42
N6 1300	4,22	9,59
N9 1300	4,25	8,91

Tabel 4.5Densitas Bulk dan Porositas Keramik Padat Nano Zikon dengan
Variasi Sinter Konvensional

Tabel 4.6Densitas Bulk dan Porositas Keramik Padat Nano Zikon dengan
Arc Plasma Sintering (APS) 60 Ampere 8 Menit untuk sampel asli
(belum dipoles), poles 1×, poles 2× dan poles 3×.

Sampel	Densitas (gr/cm ³)	Porositas (%)
0A1	4,32	7,67
3A1	4,34	7,35
6A1	4,35	7,05
0A2	4,31	8,01
3A2	4,31	7,91
6A2	4,31	7,84
0A3	4,26	8,97
3A3	4,28	8,55
6A3	4,31	7,84
0A4	4,26	9,08
3A4	4,26	9,02
6A4	4,30	8,10

4.2.3 Kekerasan Keramik

Pengujian kekerasan keramik nano-zirkon dilakukan dengan metode *Vickers* yang ditunjukkan berturut-turut untuk sampel keramik konvensional dan APS pada tabel 4.7 dan 4.8. Secara umum, nilai kekerasan keramik nano-zirkon konvensional meningkat seiring dengan bertambahnya temperatur dan komposisi B₂O₃. Semakin tinggi temperature sinter, maka nilai kekerasan keramik

konvensional mengalami peningkatan, disamping itu nilai kekerasan keramik juga meningkat seiring dengan meningkatknya komposisi B_2O_3 . Nilai kekerasan yang dihasilkan lebih rendah dari nilai kekerasan kermik zirkon yangberkisar 8,5 GPa. Salah satu hal yang menyebabkan keramik nano-zirkon pada penelitian ini memiliki kekerasan yang cukup rendah, dikarenakan adanya fasa amorf yang terbentuk dari *sintering agent* (B_2O_3) (Suárez et al., 2015).

Sampel	Kekerasan (GPa)	
N0 1100	1,88	_
N3 1100	1,91	
N6 1100	2,00	
N9 1100	2,47	
N0 1200	1,73	_
N3 1200	2,03	
N6 1200	2,17	
N9 1200	2,77	
N0 1300	1,98	_
N3 1300	3,74	
N6 1300	3,96	
N9 1300	6,84	

 Tabel 4.7
 Nilai Kekerasan Keramik Nano-Zirkon untuk Sinter Konvensional

Pengujian kekerasan keramik APS dilakukan dengan sedikit berbeda dengan sampel keramik konvensional. Pengunjian sampel dilakukan pada kedua sisi sampel keramik dimana sebelumnya pada subbab 4.2 sampel APS dilakukan pengujian difraksi sinar-x sesuai dengan kedalaman. Sehingga, pada pengujian kekerasan sampel APS dilakukan untuk mengetahui perbedaan sebaran panas yang terjadi pada sampel keramik baik dari sisi atas (terpapar langsung plasma) dan bagian bawah (tidak terpapas langsung oleh plasma).

Pengambilan titik-titik pada pengujian kekerasan dengan menggunakan Hardness-Vickers disesuaikan dengan ilustrasi yang ditunjukkan pada Gambar 4.6. Pengambilan titik-titik tersebut diasumsikan bahwa persebaran panas APS tidak merata dimana panas tersebar dari tengah menuju tepian lingkaran sampel keramik.



Gambar 4.9 Penentuan titik-titik pengambilan jejak pada pengujian Hardness-Vickers untuk sampel yang disinter dengan teknik sinter APS dan tampak atas.

Sampel keramik APS memiliki nilai kekerasan yang berbeda pada tiap titik-titik pengambilan jejak. Selain itu, sam pel keramik yang terpapar langsung oleh plasma (atas) memiliki nilai kekerasan yang lebih tinggi dibandingkan dengan sampel keramik yang tidak terpapar langsung oleh plasma (bawah). Hal tersebut dikarenakan bagian sampel yang terkena langsung paparan plasma memiliki temperature yang lebih tinggi dibandingkan dengan bagian sampel yang tidak terpapar langsung oleh plasma, sehingga menyebabkan bagian atas menjadi lebih keras dari pada bagian bawah. Nilai kekerasan keramik juga meningkat seiring dengan penambahan B_2O_3 dengan nilai kekerasan maksimum yang dicapai sebesar 9,59 pada sampel 6A1 bagian atas.

	keramik asli (belum poles).						
Samuel			Nilai	Kekerasan	(GPa)		
6		H1	H2	H3	H4	H5	
0.4.1	Sisi atas	1,72	2,55	5,37	3,54	3,40	
UAI	Sisi bawah	0,99	1,27	1,45	1,39	1,42	
6 A1	Sisi atas	3,86	4,51	9,59	5,62	3,05	
	Sisi bawah	2,77	3,12	3,89	3,08	2,46	

Tabel 4.8Nilai Kekerasan Keramik Nano-Zirkon untuk Sinter APS sampel
keramik asli (belum poles).

4.2.4. Mikrografi Keramik

Analisis mikrografi sampel keramik nano-zirkon diamati dengan manggunakan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk sampel keramik dengan metode sinter konvensional dan menggunakan APS dengan topografi permukaan yang diamati merupakan bagian patahan (*cross section*) yang ditunjukkan oleh gambar 4.10 dan 4.11. Densifikasi pada sampel keramik nano-zirkon belum tergambar jelas, karena tidak dapat diidentifikasi perbedaan antara butir zirkon dan B₂O₃. Dari hasil yang dapat diamati adalah ukuran butir keramik zirkon mengalami pertambahan panjang atau volume dari ukuran serbuk nano-zirkon yang dipakai sebagai bahan dasar. Hal tersebut dikarenakan adanya perlakukan panas yang tinggi pada proses pembuatan keramik yang berdampak tumbuhnya ukuran butir. Selain itu, adanya penambahan B₂O₃ juga tidak memberikan pengaruh yang cukup signifikan dalam mempertahankan ukuran keramik nano-zirkon.

Mikrografi sampel keramik nano-zirkon konvensional ditunjukkan pada gambar 4.10. Dari gambar tersebut terlihat bahwa masih terlihat porositas yang cukup besar pada sampel (a) N0 1100, (b) N0 1300 dan (c) N6 1300. Sampel keramik nano-zirkon APS ditunjukkan pada gambar 4.11. Dari gambar tersebut ditunjukkan bahwa masih terlihat adanya porositas pada sampel APS. Hal tersebut terlihat masih adanya ronga-rongga antar partikel. Namun secara umum terlihat bahwa sampel keramik APS cenderung lebih rapat daripada sampel keramik konvensional. Selain itu, ukuran partikel keramik APS juga terlihat lebih kecil daripada sampel konvensional. Menurut Chamberlain (2004), ukuran butir suatu material dapat mempengaruhi sifat mekanik material tersebut, dimanasemakin kecil ukuran butir, maka semakin baik pula sifat mekanik yang dihasilkan oleh material tersebut (Chamberlain et al., 2004). Hal ini dapat menjadi data pendukung terhadap hasil analisi XRD, densitas dan kekerasan sampel keramik APS yang cenderung menunjukkan sifat mekanik yang lebih baik daripada sampel keramik konvensional.



TSMesinFlexSEM 5.00kV 6.8mm x5.00k SE



Gambar 4.10 Hasil Pengujian SEM untuk material keramik nano zirkon dengan teknik sinter konvensional untuk perbesaran 5000× (a) N0 1100 (b) N0 1300 (c) N6 1300.



(a)

(d)



Gambar 4.11 Hasil Pengujian SEM untuk material keramik padat nano-zirkon dengan metode furnace APS 60 ampere dan waktu 8 menit untuk perbesaran 3000× [1] sampel APS N0 (a) sisi atas (b) sisi tengah (c) sisi bawah dan [2] sampel APS N6 (d) sisi atas (e) sisi tengah (f) sisi bawah.

4.3 Diskusi

Serbuk zirkon yang merupakan bahan dasar pembentukan keramik padat nano-zirkon didapatkan dari pasir zirkon alam yaitu. pasir Puya daerah Kereng Pengi Kalimantan Tengah. Berdasarkan hasil analisis XRF yang ditunjukkan pada tabel 4.1 dapat dilihat bahwa pasir alam puya memiliki kandungan Zr dan Si yang cukup tinggi yaitu sebesar 59,40% dan 33,41%. Selain kedua unsur tersebut pasir alam puya memiliki cukup banyak unsur magnetik yang terdapat didalamnya, seperti Ti (5,59%), Hf (0,83%), Fe (0,30%), Cr (0,21%), Y (0,19%) dan Sr (0,21%), sehingga untuk mendapatkan pasir zirkon dengan kemurnian yang tinggi diperlukan suatu metode untuk memurnikannya.

Zirkon merupakan mineral yang tidak bersifat magnetik. Unsur pengotor yang bersifat magnetik dapat direduksi dengan proses separasi magnet, sehingga setelah proses ini unsur Fe tidak teridentifikasi lagi. Tahapan dilanjutkan dengan proses penggilingan yang bertujuan meningkatkan kereaktifan partikel mereduksi ukuran partikel, sehingga luas permukaan kontak antar partikel semakin besar dan memudahkan dalam proses pelarutan. Proses ekstraksi dilanjutkan dengan perendaman dalam larutan asam klorida (HCl) dan dilanjut dengan perendaman termal dengan NaOH. Hasil XRF setelah proses permurnian menunjukkan adanya peningkatan kandungan unsur Zr dari 76,22 wt% menjadi 80,99 wt% diiringi dengan penurunan kandungan unsur Si dari 19,4 wt% menjadi 14,6 wt%.

Pola-pola difraksi sinar-x pasir puya sebelum dan sesudah ekstraksi ditunjukkan pada Gambar 4.1. Berdasarkan analisis kualitatif, setelah proses separasi magnet dan perendaman HCl, fasa-fasa yang teridentifikasi adalah fasa zirkon (ZrSiO₄) dan silika (SiO₂) dengan struktur kuarsa (*quartz*). Namun, setelah proses perendaman dengan NaOH, fasa yang terdeteksi adalah murni fasa zirkon. Hal ini memperkuat data XRF yang menunjukkan bahwa fasa zirkon mengalami peningkatan pada setiap proses pemurnian dibuktikan dengan kandungan zirkon setelah proses pemurnian cukup tinggi.

Serbuk zirkon yang telah diperoleh dari hasil pemurnian pasir zirkon diproses lebih lanjut dengan *anil* dan giling untuk mendapatkan serbuk zirkon berukuran nanometrik. Proses giling dilakukan untuk mereduksi ukuran partikel serbuk zirkon. Sedangkan proses *anil* dilakukan untuk mengurangi *strain* yang terjadi pada saat penggilingan. Proses giling dan *anil* yang dilakukan sebanyak 2 kali didarkan pada penelitian Lestari (2017) yang mendapatkan serbuk zirkon berukuran \approx 40 nm. Pola-pola difraksi serbuk zirkon dengan proses giling dan *anil* ditunjukkan pada Gambar 4.2. Tampak bahwa pada sampel ZMA 2 puncak zirkon memiliki bentuk puncak yang cukup lebar yang mengindikasikan bahwa ukuran kristal zirkon mengalami penurunan (Pratapa, 2009).

Pada tahap sintesis keramik padat nano-zirkon dilakukan dengan metode *solid state* dimana proses pembentukan keramik padat dilakukan dengan menggunakan proses padat dengan mencampurkan serbuk nano-zirkon dengan

sintering agent yaitu serbuk B_2O_3 . Pencampuran serbuk zirkon dan serbuk B_2O_3 dilakukan dengan menggunakan *planetary ball milling*. Sinter dilakukan menggunakan dua metode yaitu metode sinter konvensional dan metode sinter APS. Sinter konvensional dilakukan temperatur 1100, 1200, dan 1300 °C untuk masing-masing komposisi. Sedangkan sinter APS dilakukan dengan menggunakan arus 60 A. Serbuk B_2O_3 dipilih karena dinilai mampu untuk menurunkan tingkat porositas keramik (Elsandika, 2018).

Pola-pola hasil XRD pada sampel keramik padat nano-zirkon dengan teknik *sinter* konvensional ditunjukkan pada Gambar 4.3. Hasil analisis menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk pada keramik padat nano-zirkon konvensional adalah fasa tunggal zirkon (ZrSiO₄). Puncak tertinggi fasa zirkon terletak pada sudut 20 27° dengan bidang hkl [020]. Hasil ini sesuai dengan penelitian Puclin (1995) bahwa puncak difraksi tertinggi pada bidang hkl [200] (Puclin et al., 1995).

Sedangkan untuk pola-pola difraksi sampel APS ditunjukkan pada Gambar 4.7. Hasil analisis data difraksi menunjukkan adanya fasa baru yang muncul selain fasa zirkon yaitu fasa zirkonia monoklinik pada sampel keramik nanozirkon tanpa penambahan B₂O₃ yaitu pada sampel 0A1 dan 0A2 dengan prosentase berturut-turut adalah 5,75 wt% dan 32,96 wt%. Zirkonia merupakan fasa yang terbentuk akibat adanya dekomposisi fasa zirkon. Dekomposisi merupakan pemecahan senyawa kimia menjadi senyawa-senyawa yang lebih sederhana dengan bantuan energi (E. Curtis and G. Sowman, 1953). Dekomposisi fasa zirkon menjadi fasa zirkonia dan silika dituliskan oleh persamaan reaksi 4.2. (Kaiser et al., 2008).

$$ZrSiO_4(s) \leftrightarrow ZrO_2(s) + SiO_2(s)$$
 (4.2)

Dekomposisi fasa zirkon menjadi fasa zirkonia dan silika dapat terjadi apabila zirkon mengalami perlakuan termal yang cukup tinggi, yaitu berkisar pada temperatur >1600 °C (Kaiser et al., 2008). Dekomposisi keramik zirkon hanya terjadi pada sampel keramik yang disinter dengan metode sinter APS. Teknik

sinter dengan menggunakan plasma sebelumnya telah dilakukan oleh (Bandriyana et al., 2017) dan (Salam et al., 2017) untuk mengetahui tingkat kekerasan baja karbon. Dengan terjadinya dekomposisi sampel keramik yang menggunakan teknik sinter APS dapat diartikan bahwa plasma yang dihasilkan pada proses sinter memiliki temperatur yang cukup tinggi sehingga dapat menyebabkan terjadinya dekomposisi pada keramik zirkon. Pola-pola difraksi sinar-x pada sampel yang mengalami dekomposisi tidak memperlihatkan puncak silikasi fasa sekunder lainnya. Namun pada sudut 2θ di antara 25 dan 35 °terlihat adanya 'punuk' yang dapat diindikasikan ada kemungkinan silika berstruktur amorf (Nurbaiti et al., 2017).

Material padat dapat diklasifikasikan berdasarkan keteraturan atom penyusunnya. Material yang memiliki tingkat keteraturan dalam jangkauan yang panjang disebut dengan material kristalin, sedangkan material yang tidak memiliki keteraturan dalam jangkauan yang panjang disebut dengan material amorf. (Callister and Rethwisch, 2010). Untuk mengetahuiperbandingan komposisi fasa kristalin dan amorf pada keramik 0A1 dan 0A2, perlu dilakukan analisi derajat kekristalan dengan memanfaatkan nilai *background radiation* pada perangkat lunak *Match*!2 (Fauziah, 2016). Adapun nilai derajat kekristalan yang didapat dari analisi ini yaitu 0A1 4,8% dan 0A2 29%.

Selain itu, hasil analisis data XRD juga dapat memberikan informasi mengenai ukuran kristal keramik zirkon. Perhitungan ukuran Kristal keramik nano-zirkon dengan menggunakan metode *Rietveld* dengan software *Rietica* dengan menggunakan persamaan profil puncak *Voigt*. Dari hasil perhitungan dengan menggunakan Persamaan 4.1 didapatkan bahwa ukuran kristal sampel keramik dengan metode sinter konvensional masih relatif besar dengan nilai yang >100 nm. Seperti yang diperlihatkan pada Tabel 4.2 ukuran kristal zirkon meningkat seiring dengan naiknya temperatur sinter, selain itu penambahan B₂O₃ juga belum memberikan efek yang maksimum dalam mempertahankan ukuran kristal. Sama halnya dengan sampel keramik yang disinter dengan menggunakan teknik sinter APS di mana ukuran kristal sampel juga >100 nm, namun ukuran kristal sampel keramik APS mengalami penurunan seriring dengan proses pemolesan yang dilakukan seperti yang ditampilkan pada Tabel 4.3. Ukuran kristal yang paling besar didapatkan pada sampel yang belum dipoles, yaitu daerah yang langsung terkena paparan plasma sebesar 250 nm pada sampel 0A1, sedangkan sampel keramik dengan ukuran terkecil yaitu 119 nm, yaitu sampel 0A5 dimana sampel tersebut tidak terpapar plasma secara langsung. Meningkatnya ukuran kristal sampel keramik disebabkan oleh semakin tingginya temperatur sinter. Semakin tinggi temperatur sinter yang diterima oleh sampel, maka ukuran butir juga akan meningkat (Chaim et al., 2008). Pertumbuhan butir dapat terjadi dikarenakan adanya pertemuan antar butir yang menyebakan *necking* diantara butir, sehingga menyebabkan pengaruh pada ukuran keramik zirkon yang semas kin besar (Shi, 1999).

Karakteristik densitas dan porosity keramik padat nano-zirkon konvensional maupun APS diukur dengan menggunakan alat densimeter yang prinsip kerjanya menerapkan prinsipArchimedes. elektronnik Hasil pengukurannya berturut-turut ditampilkan pada tabel 4.5 dan tabel 4.6. Dari hasil pengkuruan diketahui bahwa densitas sampel keramik nano-zirkon konvensional tidak mengalami perbedaan yang sigifikan terhadap variasi temperatur maupun variasi penambahan B₂O₃. Hal tersebut dapat diketahui karena masih tingginnya tingkat porositas keramik yang mencapai angka maksimum 13,38 %. Hal tersebut dapat dinilai bahwa pemanasan dengan menggunakan sinter konvensional belum memberikan hasil maksimal dalam menaikkan densitas sampel keramik. Bebeda dengan sampel konvensional, densitas sampel keramik APS memiliki nilai yang cukup bagus dengan rata-rata densitas yang berhasil dicapai adalah sebesar 4,3 gr/cm³ dengan densitas teoritik sebesar 4,6 gr/cm³.

Pada sampel keramik APS didapatkan bahwa nilai porositas berkurang seiring dengan bertambahnya B₂O₃. Penamabahan aditif diberikan dengan tujuan untuk mengurangi porositas sampel keramik. Pengaruh penambahan aditif pada sampel keramik dapat diamati pada gambar 2.3. *Boron Oxide* yang mempunyai titik leleh antara 450-510 °C (Wang dkk, 2009) fase cair dari boron oksida dapat mengisi rongga diantara butir zirkon (Yang and Cheng, 1999), sehingga dapat mereduksi porositas yang menyebabkan proses densifikasi terjadi pada temperatur yang lebih rendah.

Hasil nilai kekerasan keramik padat nano-zirkon untuk teknik sinter konvensional ditunjukkan pada Tabel 4.7. Hasil pengujian menunjukkan bahwa tingkat kekerasan keramik padat nano-zirkon dengan teknik sinter konvensional semakin naik seiring dengan bertambahnya temperatur dan juga komposisi penambahan B₂O₃. Hal tersebut menunjukkan bahwa temperatur memberikan pengaruh yang cukup signifikan dalam meningkatkan kekerasan sampel keramik. Selain itu, penambahan B₂O₃ juga berperan dalam meningkatkan nilai kekerasan keramik zirkon dengan nilai tertinggi yang didapatkan sebesar 6,84 GPa yaitu pada sampel N9 1300.

Berbeda dengan teknik sinter konvensional, sampel keramik padat nanozirkon yang disinter dengan menggunakan teknik sinter APS menunjukkan nilai kekerasan yang unik. Hal tersebut karena nilai kekerasan sampel keramik pada permukaan yang terkena langsung plasma plasma memiliki nilai kekerasan yang lebih tinggi dari pada permukaansampel keramik yang tidak terkena langsung paparan plasma.Selain itu, teknik pengambilan nilai kekerasan untuk sampel keramik APS sedikit berbeda dengan teknik konvensional seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.9. Hal tersebut dilakukan karena diketahui bahwa persebaran panas yang yang diterima oleh sampel keramik akibat paparan plasma tidaklah sama, sehingga, hasil nilai kekerasan pada Tabel 4.8 dapat dijelaskan.

Dari hasil pengujian didapatkan bahwa nilai kekerasan sampel keramik yang terpapar plasma memiliki nilai kekerasan yang lebih besar dibandingkan dengan nilai kekerasan sampel keramik yang tidak terpapar langsung oleh plasma. Nilai kekerasan terbesar terletak pada pusat yang ditandai oleh nomer 3 pada gambar 4.9 yang merupakan daerah yang langsung terpancar oleh plasma, sehingga diasumsikan bahwa pada daerah tersebut kekerasannya lebih tinggi dari pada daerah lainnya. Nilai kekerasan juga dipengaruhi oleh penambahan B₂O₃ dimana nilai kekerasan sampel N6 lebih tinggi daripada kekerasan sampel N0. Nilai kekerasan tertinggi dicapai oleh sampel N6 yaitu sebesar 9,589 GPa.

Nilai kekerasan keramik salah satunya dipengaruhi oleh sifat fisis dari sampel keramik yang telah dibentuk (Suarez, 2015).Salah satu sifat fisis keramik yang berpengaruh adalah densitas dan porositas pada keramik. Menurunnya nilai densitas keramik menyebabkan pororsitas yang semakin mebesar yang menyebabkan bertambahnya ruang-ruang kosong pada keramik. Hasil ini sesuai dengang hasil penelitian bahwa nilai densitas keramik APS yang lebih tinggi dari pada keramik konvensional menyebabkan kekerasan sampel keramik APS juga bernilai lebih tinggi.

Pengamatan mikrografi dilakukan dengan menggunakan SEM pada sampel keramik konvensional dan keramik APS. Analisis SEM pada gambar 4.10 dan 4.11 belum dapat mengkonfirmasi keberhasilan densifikasi akibat adanya penambahan B₂O₃. Hal tersebut dapat terlihat adanya rongga yang cukup besar pada sampel keramik konvensional yang diperlihatkan pada gambar 4.10. Dengan mengamati gambar tersebut, dapat diketahui bahwa perlakuan temperatur pada suatu material dapat menyebabkanpertambahan panjang atau volume pada material tersebut. Pertumbuhan butir pada sampel keramik konvensional dapat mengkormasi hasil analisis XRD (Tabel 4.2) dimana ukuran kristal yang dihasilkan dari perhitungan data XRD masih cukup besar.

Pengamatan SEM juga dilakukan pada sampel keramik APS yang dilakukan pada tiga posisi yang berbeda yaitu pada posisi atas, tengah dan bawah sampel. Secara umum, hasil tpengamatan SEM sampel APS menunjukkan bahwa sampel APS memiliki tingkat kerapatan yang lebih tinggi daripada sampel keramik konvensional. Namun, pada sampel keramik APS juga masih terlihat adanya rongga yang diindikasikan sebagai porositas. Dalam hal ini penambahan B₂O₃ belum efektif dalam mempertahankan ukuran keramik nano-zirkon. Sehingga hal ini juga mengkonfirmasi hasil analisis XRD (Tabel 4.3) dimana ukuran kristal sampel APS masih relatif besar namun masih terlihat lebih kecil dibandingkan dengan sinter konvensional. Menurut Chamberlain (2004), ukuran butir dapat mempengaruhi sifat mekanik suatu bahan. Semakin kecil ukuran butir, maka semakin baik pula sifat mekanik suatu bahan (Chamberlain et al., 2004). Dengan demikian kesimpulan bahwa metode sinter APS memberikan sifat mekanik yang lebih unggul daripada sinter konvensional telah terbukti.

"halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, didapatkan beberapa kesimpulan sebagai berikut:

- Hasil sintesis keramik nano-zirkon dengan teknik sinter konvensional menghasilkan fasa tunggal zirkon pada semua variasi temperatur sinter dan penambahan B₂O₃. Namun, pada sampel keramik APS terdapat fasa zirkonia monoklinik pada sampel 0A1 dan 0A2 sebesar 5,72% dan 32,96%, sedangkan selebihnya didapatkan fasa tunggal zirkon.
- Penambahan B₂O₃ tidak memberikan pengaruh yang signifikan dalam mempertahankan ukuran partikel keramik dimana ukuran partikel keramik membesar hingga 8× ukuran serbuk mencapai 326 pada sampel N9 1300.
- Densitas keramik APS memiliki nilai lebih tinggi daripada sampel keramik konvensional dengan rata-rata densitas yang dicapai adalah sebesar 4,3 gr/cm³ atau 93,5% densitas teoretik.
- Nilai kekerasan keramik nano-zirkon tertinggi diperoleh pada sampel keramik APS 6A1sebesar 9,6 GPa dan 6,84 GPa pada sampel keramik konvensional N9 1300.

5.2 Saran

Saran yang dapat dilakukan untuk penelitian mendatang adalah:

Dapat dicoba untuk melakukan penelitian dengan menggunakan SPS (*Sparc Plasma Sintering*) untuk mendapatkan nano-keramik zirkon dengan densitas yang tinggi.

"halaman ini sengaja dikosongkan"

DAFTAR PUSTAKA

- Bandriyana, B., Sujatno, A., Salam, R., Dimyati, A., Untoro, P., 2017. Microscopy of Alloy Formation on Arc Plasma Sintered Oxide Dispersion Strengthen (ODS) Steel. IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci. 75, 012021. https://doi.org/10.1088/1755-1315/75/1/012021
- Bernatz, K.M., Echeverría, I., Simon, S.L., Plazek, D.J., 2001. Viscoelastic properties of amorphous boron trioxide. J. Non-Cryst. Solids 289, 9–16. https://doi.org/10.1016/S0022-3093(01)00725-6
- Berndt, C.C., 1993. Concise encyclopedia of advanced ceramic materials: edited by R.J. Brook; Pergamon Press, Oxford; 1991; 588 pp.; price £95.00; ISBN 0 08034720 7. Mater. Sci. Eng. A 160, 283–284. https://doi.org/10.1016/0921-5093(93)90458-Q
- Callister, W.D., Rethwisch, D.G., 2010. Materials Science and Engineering An Introduction, eigth. ed. John Wiley & Sons.
- Chaim, R., Levin, M., Shlayer, A., Estournes, C., 2008. Sintering and densification of nanocrystalline ceramic oxide powders: a review. Adv. Appl. Ceram. 107, 159–169. https://doi.org/10.1179/174367508X297812
- Chamberlain, A.L., Fahrenholtz, W.G., Hilmas, G.E., Ellerby, D.T., 2004. High-Strength Zirconium Diboride-Based Ceramics. J. Am. Ceram. Soc. 87, 1170–1172. https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2004.01170.x
- E. Curtis, C., G. Sowman, H., 1953. Investigation of the Thermal Dissociation, Reassociation, and Synthesis of Zircon. J. Am. Ceram. Soc. 36, 190–198. https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1953.tb12865.x
- German, Randall M., Pavan Suri, Seong Jin Park, 2009. Liquid Phase Sintering. Journal Materials Science 44, 1–39. https://doi.org/DOI 10.1007/s10853-008-3008-0
- Gogotsi, Y., 2017. Nanomaterials Handbook, Second Edition, Second edition. ed, Advanced Materials and Technologies. CRC Press.
- Hussain, S., Schönbichler, S.A., Güzel, Y., Sonderegger, H., Abel, G., Rainer, M., Huck, C.W., Bonn, G.K., 2013. Solid-phase extraction of galloyl- and

caffeoylquinic acids from natural sources (Galphimia glauca and Arnicae flos) using pure zirconium silicate and bismuth citrate powders as sorbents inside micro spin columns. J. Pharm. Biomed. Anal. 84, 148–158. https://doi.org/10.1016/j.jpba.2013.05.029

- Kaiser, Arno, Lobert, M., Telle, R., 2008. Thermal stability of zircon (ZrSiO4). J. Eur. Ceram. Soc. 28, 2199–2211. https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2007.12.040
- Kaiser, A., Lobert, M., Telle, R., 2008. Thermal stability of zircon (ZrSiO4). J. Eur. Ceram. Soc. 28, 2199–2211. https://doi.org/doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2007.12.040
- Khalil, A., 2012. Advanced Sintering of Nano-Ceramic Materials. https://doi.org/10.5772/38287
- Lestari, Novia Dwi, 2017. Sintesis Serbuk Nano-Zirkon Dengan Metode Penggilingan Dan Anil (Undergraduate). Insitut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Lestari, N. D., 2017. SINTESIS SERBUK NANO-ZIRKON DENGAN METODE PENGGILINGAN DAN ANIL (Tugas Akhir). ITS, Surabaya.
- Mori, T., Hoshino, H., Yamamura, H., Kobayashi, H., Mitamura, T., 1990. Mechanical Properties of High Purity Sintered ZrSiO4. J. Ceram. Soc. Jpn. 98, 1017–1022. https://doi.org/10.2109/jcersj.98.1017
- Muwwaqor, N.F., 2016. SINTESIS DAN KARAKTERISASI SISTEM KERAMIK PADAT ZrO2-SiO2 DENGAN METODE AKTIVASI MEKANIK BALL MILLING (Tugas Akhir). ITS, Surabaya.
- Nurbaiti, U., Darminto, Triwikantoro, Zainuri, M., Pratapa, S., 2017. Synthesis and Characterization of Silica Sand-Derived Nano-Forsterite Ceramics. Ceram. Int. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.12.198
- Nurlaila, R., 2016. PENGARUH PENAMBAHAN B2O3 PADA SINTESIS SISTEM KERAMIK PADAT ZrO2-SiO2 DENGAN VARIASI TEMPERATUR SINTE (Tesis). ITS, Surabaya.
- Nurlaila, R., Musyarofah, Muwwaqor, N.F., Triwikantoro, Kuswoyo, A., Pratapa, S., 2017. Phase analysis of ZrO2-SiO2 systems synthesized through Ball milling mechanical activations. p. 030122.

- Pirkle, F.L., Podmeyer, D.A., 1993. ZIRCON: ORIGIN AND USES. Trans. VOL 292 Soc. Min. Metall. Explor. INC 21.
- Poernomo, H., Biyantoro, D., Purwani, M.V., 2016. Kajian Konsep Teknologi Pengolahan Pasir Zirkon Lokal yang Mengandung Monasit, Senotim dan Ilmenit. EKSPLORIUM 37, 73–88. https://doi.org/10.17146/eksplorium.2016.37.2.3054
- Pokropivny, V. (Ed.), 2007. Introduction to nanomaterials and nanotechnology. Tartu University Press, Tartu.
- Pradhan, S.K., Sinha, M., 2005. Microstructure characterization of nanocrystalline ZrSiO4 synthesized by ball-milling and high-temperature annealing. J. Appl. Crystallogr. 38, 951–957. https://doi.org/10.1107/S0021889805029031
- Pratapa, S., 2009. Analisis Data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld. Surabaya.
- Pratomo, S.B., Doloksaribu, M., Afrilinda, E., 2015. PEMANFAATAN PASIR ZIRKON LOKAL UNTUK CETAKAN KERAMIK PADA PROSES PENGECORAN PRESISI. J. Ind. Res. J. Ris. Ind. 8.
- Puclin, T., Kaczmarek, W.A., Ninham, B.W., 1995. Mechanochemical processing of ZrSiO4. Mater. Chem. Phys. 40, 73–81. https://doi.org/10.1016/0254-0584(94)01471-R
- Rendtorff, N.M., Gómez, S., Gauna, M.R., Conconi, M.S., Suarez, G., Aglietti, E.F., 2016. Dense mullite–zirconia–zirconium titanate ceramic composites by reaction sintering. Ceram. Int. 42, 1563–1572. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.09.106
- Rendtorff, N.M., Grasso, S., Hu, C., Suarez, G., Aglietti, E.F., Sakka, Y., 2012. Dense zircon (ZrSiO4) ceramics by high energy ball milling and spark plasma sintering. Ceram. Int. 38, 1793–1799. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2011.10.001
- Salam, R., Dimyati, A., Mardiyati, A., 2017. Rekayasa Permukaan Baja Karbon Menggunakan Arc Plasma Sintering. Semin. Nas. Sains Dan Teknol. Nukl. 2017.
- Shi, J.L., 1999. Solid state sintering of ceramics: pore microstructure models, densification equations and applications. J. Mater. Sci. 34, 3801–3812. https://doi.org/10.1023/A:1004600816317
- Shi, Y., Huang, X.X., Yan, D., 1994. Preparation and characterization of highly pure fine zircon powder. J. Eur. Ceram. Soc. 13, 113–119. https://doi.org/10.1016/0955-2219(94)90108-2
- Suárez, G., Acevedo, S., Rendtorff, N.M., Garrido, L.B., Aglietti, E.F., 2015a. Colloidal processing, sintering and mechanical properties of zircon (ZrSiO4). Ceram. Int. 41, 1015–1021. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.09.024
- Suárez, G., Acevedo, S., Rendtorff, N.M., Garrido, L.B., Aglietti, E.F., 2015b. Colloidal processing, sintering and mechanical properties of zircon (ZrSiO4). Ceram. Int. 41, 1015–1021. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.09.024
- Subbarao, E.C., Gokhale, K.V.G.K., 1968. Thermal Expansion of Zircon. Jpn. J. Appl. Phys. 7, 1126. https://doi.org/10.1143/JJAP.7.1126
- Terki, R., Bertrand, G., Aourag, H., 2005. Full potential investigations of structural and electronic properties of ZrSiO4. Microelectron. Eng., The Proceedings of the 2nd International Symposium on Nano- and Giga-Challenges in Microelectronics 81, 514–523. https://doi.org/10.1016/j.mee.2005.03.055
- Thomas, S., Stephan, A.M., Raneesh, B., Haghi, A.K., Kalarikkal, N., International Conference on Nanomaterials (2nd : 2012 : Kottayam, India), 2015. Advanced nanomaterials: synthesis, properties and applications. Apple Academic Press, Toronto.
- Vilmin, G., Komarneni, S., Roy, R., 1987. Lowering crystallization temperature of zircon by nanoheterogeneous sol-gel processing. J. Mater. Sci. 22, 3556–3560. https://doi.org/10.1007/BF01161458
- Yang, C.-F., Cheng, C.-M., 1999. The influence of B2O3 on the sintering of MgO–CaO–Al2O3–SiO2 composite glass powder. Ceram. Int. 25, 383– 387. https://doi.org/10.1016/S0272-8842(98)00049-2

Lampiran A

Data ICSD Analisis Data Difraksi Sinar-X

A. Data ICSD untuk Fasa Zirkon

COL ICSD Collection Code 9582 DATE Recorded Jan 1, 1980; updated May 15, 1984 NAME Zirconium silicate MINR Zircon - from a quartz monzonite near north bay, Ontario FORM Zr Si O4 = O4 Si ZrTITL Refinement of the Crystal Structure of Zircon REF Carnegie Institution of Washington: Yearbook CIWYA 73 (1974) 544-547 AUT Finger L W CELL a=6.612(2) b=6.612(2) c=5.994(2) à=90.0 á=90.0 c=90.0 V=262.0 Z=4 SGR I 41/a m d Z (141) - tetragonal CLAS 4/mmm (Hermann-Mauguin) - D4h (Schoenflies) PRS tI24 ANX ABX4 Zr 1 4.000 4a 0. 3/4 1/8 Si 1 4.000 4e 0. 3/4 5/8 1-2.000 16h 0. 0.0660(5) 0.1941(5) 0 WYCK h e a ITF Zr 1 B=0.4 ITF Si 1 B=0.5 ITF O 1 B=0.72 **RVAL 0.028**

B. Data ICSD untuk Fasa Zirkonia Monoklinik

COL ICSD Collection Code 89426 DATE Recorded Dec 20, 1999 NAME Zirconium dioxide MINR Zirconia - synthetic MINR Fluorite group FORM Zr O2 = O2 ZrTITL Crystal structure of zirconia by Rietveld refinement REF Science in China A SCAAF 42 (1999) 80-86 Issue 1 AUT Wang D-N, GuoÿY-Q, LiangÿK-M, TaoÿK CELL a=5.146(7) b=5.205(1) c=5.313(6) à=90.0 á=99.1(8) c=90.0 V=140.5 Z=4 SGR P 1 21/c 1 (14) - monoclinic CLAS 2/m (Hermann-Mauguin) - C2h (Schoenflies) PRS mP12 ANX AX2 Zr 1 4.000 4e 0.2728(2) 0.0337(2) 0.2088(4) 1-2.000 4e 0.0773(9) 0.3133(8) 0.3046(3) 0 2-2.000 4e 0.4619(1) 0.7882(5) 0.4362(3) 0 WYCK e3 ITF Zr 1 B=0.78 ITF O 1 B=0.36 ITF O 2 B=3.05 REM XDP (X-ray diffraction from a powder) **REM RVP**

RVAL 0.031

Lampiran B

Pola Hasil Penghalusan Rietveld dengan Perangkat Lunak Rietica



1. Pola Hasil Penghalusan N0 1100

2. Pola Hasil Penghalusan N3 1100





3. Pola Hasil Penghalusan N6 1100

4. Pola Hasil Penghalusan N9 1100







6. Pola Hasil Penghalusan N3 1200



7. Pola Hasil Penghalusan N6 1200



8. Pola Hasil Penghalusan N9 1200





9. Pola Hasil Penghalusan N0 1300









12. Pola Hasil Penghalusan N9 1300



13. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N0 Sampel Asli (0A1)



14. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N3 Sampel Asli (3A1)





15. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N6 Sampel Asli (6A1)

15. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N0 Sampel Poles 1× (0A2)



16. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N3 Sampel Poles 1× (3A2)





17. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N6 Sampel Poles 1× (6A2)

18. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N0 Sampel Poles 2× (0A3)



19. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N3 Sampel Poles 2× (3A3)





20. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N6 Sampel Poles 2× (6A3)

21. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N0 Sampel Poles 3× (0A4)



22. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N3 Sampel Poles 3× (3A4)





23. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N6 Sampel Poles 3× (6A4)

24. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N0 Sampel Sisi Bawah (0A5)



25. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N3 Sampel Sisi Bawah (3A5)





26. Pola Hasil Penghalusan APS 60 Ampere-8 Menit N6 Sampel Sisi Bawah (6A5)

Lampiran C

Luaran Hasil Penghalusan *Rietveld* dengan Perangkat Lunak *Rietica*

1. Keluaran Hasil Penghalusan Keramik Konvensional

Nama Sampel			Pn	Dwn	Rexp									
		Gof				Sample Displacement	R- Bragg	Lattice Pa		arameter	PO	Donsity	Kom	posisi
		GUI	тр	Kwp				Volume	a=b	C	Hkl	Refinement	Molar	Weight
									u 10	· ·			(%)	(%)
	N0	3,107	8,89	11,62	6,59	0,43981	2,90	249,8251	6,509934	5,894987	0,80483	4,872	100	100
1100	N3	3,519	9,76	12,54	6,68	0,41954	2,89	249,8384	6,510143	5,894924	0,8265	4,871	100	100
	N6	3,381	10	12,68	6,9	0,16129	2,72	249,7226	6,509443	5,893457	0,88622	4,874	100	100
	N9	3,565	10,35	12,98	6,87	0,37941	2,86	249,7186	6,509122	5,893945	0,85709	4,874	100	100
	N0	3,135	9,34	12,1	6,83	0,28591	2,90	249,947	6,510907	5,896101	0,82402	4,869	100	100
1200	N3	3,447	9,71	12,61	6,79	0,41953	2,76	249,7771	6,509499	5,894644	0,83417	4,872	100	100
	N6	4,144	10,59	13,73	6,75	0,3621	3,41	249,7718	6,50963	5,89428	0,90064	4,873	100	100
	N9	4,113	10,98	13,85	6,83	0,3845	3,23	249,7189	6,509007	5,894161	0,82814	4,874	100	100
1300	N0	4,210	10,83	14,05	6,85	0,36297	3,61	249,7397	6,508885	5,894872	0,85329	4,873	100	100

N3	3,549	9,89	12,8	6,79	0,41954	2,78	249,7762	6,509497	5,894627	0,83405	0,00278	100	100
N6	4,526	11,36	14,62	6,87	0,34362	3,62	249,7615	6,509248	5,89473	0,89176	4,873	100	100
N9	4,141	10,93	14,07	6,91	0,3901	3,52	249,717	6,508787	5,894513	0,81764	4,874	100	100

2. Keluaran Hasil Penghalusan Keramik APS

		Dn	Dum				Zircon							
Nama	Cof			Revn	Sample Displacement	R- Bragg	Cell	Lattice Parameter		PO	Donsity	Komposisi		
Sampel	Gui	Кр	кмр	Кслр			Volume	a-h	с	Hkl	Refinement	Molar	Weight	
								a -0				(%)	(%)	
0A1	2,794	8,720	7,81	4,67	0,0383	2,63	260,7295	6,602369	5,980891	0,81314	4,655	91,72	94,28	
3A1	2,239	8,1	10,18	6,8	-0,32127	1,62	260,704	6,602369	5,980647	0,78544	4,668	100	100	
6A1	2,826	8,91	11,16	6,64	-0,04668	2,33	260,8343	6,603559	5,98148	0,7772	4,666	100	100	
0A2	2,887	9,27	10,48	6,17	-0,09526	3,29	260,9457	6,604314	5,982665	0,80439	4,664	57,75	67,04	
3A2	1,261	7,82	6,01	5,35	-0,49835	2,28	261,4366	6,609421	5,984659	0,83563	4,655	100	100	
6A2	3,252	9,55	9,83	5,45	-0,12058	3,15	260,8788	6,603874	5,981928	0,81314	4,665	100	100	
0A3	2,228	9,38	9,17	6,14	-0,07213	2,770	260,819	6,603637	5,980986	0,8509	4,666	100	100	
3A3	2,740	9,13	9,25	5,59	-0,17583	2,97	260,8447	6,604015	5,980891	0,83128	4,666	100	100	

6A3	2,186	9,23	9,42	6,37	-0,10271	2,87	260,8401	6,603954	5,980895	0,8414	4,666	100	100
0A4	2,802	9,14	11,76	7,02	-0,0601	1,63	260,7295	6,602641	5,980739	0,8472	4,668	100	100
3A4	2,890	9,27	11,69	6,88	-0,06939	2,01	260,7554	6,603131	5,980444	0,84551	4,667	100	100
6A4	2,483	8,62	10,97	6,96	-0,07115	2,29	260,7414	6,603035	5,980298	0,86364	4,668	100	100
0A5	2,962	9,12	11,37	6,61	0,05328	2,23	260,8017	6,603389	5,981039	0,77431	4,667	99,91	99,63
3A5	2,715	8,680	10,89	6,61	-0,37015	2,07	260,9193	6,604499	5,981724	0,77723	4,664	99,88	99,51
6A5	3,282	9,8	12,18	6,72	-0,01002	2,41	260,7833	6,603118	5,981107	0,74342	4,667	100	100

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

RIWAYAT HIDUP PENULIS



Fikriyatul Azizah Su'ud dilahirkan di Kota Pasuruan pada tanggal 17 Juni 1993. Putri pertama dari pasangan Ayahanda Su'ud dan Ibunda Syafa'ah. Penulis menempuh pendidikan formal di TK Dharma Wanita 1 Kota Pasuruan (1998-1999), SD Negeri Karangketug IV Kota Pasuruan (1999-2005), SMP Negeri 2 Kota Pasuruan (2005-2008), SMA Darul 'Ulum 1 Unggulan BPP-T Jombang (2008-2011). Penulis juga menempuh pendidikan al-qur'an

di TPQ Nurul Anwar Pasuruan (1998-1999), Madrasah Diniyyah Nurul Anwar (1999-2005), Madrasah Tsawawiyah Wustho Nurul Anwar (2005-2008). Pada tahun 2011 penulis meneruskan ke jenjang S1 di Program Studi Fisika Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya (ITS) melalui Seleksi Penerimaan Mahasiswa Baru jalur Undangan. Pada tahun 2016 penulis melanjutkan pendidikan Pasca Sarjana di Departemen Fisika Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya dan menuntaskan studi S2-nya setelah siding tesis pada bulan Juli 2018. Waktu luang penulis sering diisi dengan membaca dan mendengarkan musik. Penulis dapat dihubungi via fikriazizah1706@gmail.com.

"I can do everything because Allah is always with me"